

**ÉTUDE PAR ANALYSE TEXTURALE
DU ROLE DE L'HUMIDITÉ
DANS LA DÉFORMATION DES ROCHES SALIFERES**

**Application au sel du Bassin Bressan
et au sel de dôme de la mine d'Asse**

THESE
présentée par

Ahmed GHAZALI

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

de l'ÉCOLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSÉES

en

GÉOLOGIE DE L'INGÉNIEUR

Soutenue le 6 janvier 1995
devant le jury composé de :

| | | |
|-----|-----------------|------------|
| MM. | M. ARNOULD | Président |
| | M. LANGER | Rapporteur |
| | P. BEREST | Rapporteur |
| | J. BRULHET | Examineur |
| | J.M. LE CLEAC'H | Examineur |

AVANT-PROPOS

Ce travail n'aurait pu voir le jour et s'effectuer sans l'aide et le soutien précieux de plusieurs personnes que je souhaite ici mentionner.

Je tiens tout d'abord à remercier M. le Professeur Arnould, qui fut pendant ma thèse Directeur du Centre de Géologie de l'Ingénieur pour m'avoir accueilli et confié cette étude. De même je voudrais remercier M. Lagardère Directeur de l'Ecole des Ponts et Chaussées et M. Mathieu Directeur de la Recherche à la même école pour la confiance qu'ils m'ont accordée en m'attribuant une bourse de recherche qui m'a permis d'effectuer ce travail. Je suis également reconnaissant à M. Deveughèle actuel Directeur du CGI pour le soutien qu'il m'a toujours apporté.

M. Le Cléac'h, Ingénieur de Recherche au CGI et mon directeur de thèse, a encadré et suivi cette étude. Son expérience et son talent de chercheur m'ont été très profitables. Le présent rapport doit beaucoup à ses conseils, ses corrections et aux nombreuses discussions que nous avons eues.

M. le Professeur Langer Directeur au Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe (BGR), Professeur à l'Université de Kiel et grand spécialiste du comportement mécanique du sel s'est intéressé à mon travail d'abord en m'invitant à un séjour de coopération à Hanovre et ensuite en me faisant l'honneur d'examiner ce rapport. Grâce à son accord j'ai pu obtenir les échantillons de la mine d'Asse qui ont servi dans cette étude. Je tiens ici à lui exprimer toute ma reconnaissance.

Je remercie M. Bérest, Directeur du Laboratoire de Mécanique des Solides qui me fait l'honneur d'évaluer ce travail en tant que spécialiste internationalement reconnu de la mécanique du sel.

Je suis également reconnaissant à M. Brulhet Ingénieur à la Division d'Etudes des sites à l'ANDRA pour l'intérêt qu'il a témoigné à ce travail qu'il a bien voulu examiner. Je suis très redevable à l'ANDRA d'avoir soutenu financièrement cette recherche.

Mes plus vifs remerciements vont à M. Schulze Ingénieur de Recherche au BGR qui a veillé sur le bon déroulement de mon séjour à Hanovre à la fois sur le plan scientifique et humain. Ce travail ne serait pas aussi complet sans cette coopération fructueuse.

Je tiens à remercier également M. Dhenein Directeur de la Formation Continue à l'ENPC de m'avoir permis de participer à plusieurs sessions et stages de formation dans le cadre de ma thèse.

Je ne saurais oublier le personnel compétent et généreux du CGI. Je remercie Mmes Audiguier et Lapeyre ainsi que MM. Laberthonnière, Tricot, Lesaffre et Bihannic pour l'aide permanente qu'ils m'ont apportée tout au long de ce travail. Mes remerciements vont également aux thésards et autres membres du CGI pour leur amitié et les nombreuses discussions que nous avons eues.

Enfin je ne saurai terminer sans penser à ma famille au Maroc et en France pour leur soutien et leurs encouragements permanents.

ABSTRACT

To emphasize the role of humidity in rock salt deformation, several tests using the special test cell of the Centre de Géologie de l'Ingénieur (CGI) were carried out on samples of milky salt and phenoblastic salt from Bresse basin (France) as well as on samples of dome salt from Asse mine (Germany). The method used is based on continuous visual observation of the textural evolution of samples under applied conditions of stress, temperature and humidity.

An increasing, even weak, of relative humidity ratio always leads to a transient creep phase followed by a stationary creep phase at a constant strain rate. This stationary creep is often faster than the one before the relative humidity ratio increase.

The response of the sample texture to humidity and temperature variations determines the predominance of one or another deformation micromechanism. From the microstructure point of view the crystals content of fluid and/or solid inclusions has a strong influence on their ductility. This explains that the milky salt with a high content of fluid inclusions is more ductile than the dome salt where the crystals contain solid inclusions.

In the grain boundaries, the humidity penetrates and condenses allowing the development of specific deformation mechanisms. According to grain boundaries morphology and surface state, lubrication and gliding mechanisms act in dome salt while shear and microstylolitisation are the main mechanisms in milky salt. Furthermore the grain films which are re-formed in grain boundaries due to humidity favour the thermomigration of fluid inclusions from one crystal to the next through the saturated boundary.

Within the phenoblastic salt the anhydrite which is contained in the microporous matrix is hydrated into gypsum due to humidity and temperature. This transformation brings an important swelling and cracking of the matrix which may lead to material degradation.

Taking into account the three essential parameters in salt creep: texture, temperature and humidity, the study tends to reconstitute in a realistic way the conditions which are likely to be gathered near a nuclear waste storage gallery. Therefore the obtained results may help to predict the long term behaviour of a massif of salt.

RESUME

Afin d'étudier le rôle de l'humidité dans la déformation du sel gemme, des essais utilisant la microcellule développée au Centre de Géologie de l'Ingénieur ont été conduits sur des échantillons de sel laiteux et de sel phénoblastique du Bassin Bressan ainsi que sur des échantillons de sel de dôme provenant de la mine d'Asse (Allemagne). Le principe de la méthode utilisée est de suivre visuellement, lors des essais effectués, l'évolution texturale des échantillons sous des conditions de contrainte, température et humidité imposées.

Une augmentation même faible du degré d'humidité relative se traduit toujours par une phase de fluage transitoire rapide suivie d'une phase de fluage stationnaire à vitesse de déformation constante. La vitesse de déformation lors de cette phase de fluage stationnaire est généralement supérieure à celle de la phase de fluage stationnaire qui précède l'élévation du degré d'humidité.

La texture et la composition de l'échantillon ainsi que sa réaction vis à vis du couple température-humidité imposé déterminent la prédominance d'un des micromécanismes de déformation possibles. D'un point de vue microstructural, le contenu des cristaux de halite en inclusions fluides et/ou solides exerce une grande influence sur leur ductilité. On montre que le sel laiteux riche en inclusions fluides est plus ductile que le sel de dôme dont les cristaux contiennent des inclusions solides.

Au niveau des joints de grains, l'humidité s'adsorbe ou se condense permettant le déclenchement de certains mécanismes de déformation spécifiques. Selon la morphologie et l'état de surface de ces joints on assiste à des mécanismes de lubrification et de glissement (cas du sel de dôme) ou des mécanismes de cisaillement et de microstylolitisation (cas du sel laiteux). Par ailleurs, les films de saumures qui se reconstituent au niveau des joints favorisent la thermomigration des inclusions fluides d'un cristal de halite à un autre à travers ces joints saturés.

Dans le sel phénoblastique l'anhydrite contenue dans la matrice carbonato-sulfatée microporeuse s'hydrate en gypse sous l'action du couple température-humidité. Cette transformation s'accompagne d'un gonflement important qui se traduit par la fissuration prononcée des plages non halitiques ce qui peut entraîner une dégradation notable du matériau.

En prenant en compte les trois paramètres essentiels qui conditionnent le fluage du sel gemme: la texture, la température (avec et sans gradient) et l'humidité, l'étude expérimentale tend à reconstituer de manière réaliste l'état des conditions susceptibles de se réunir à proximité d'une galerie de stockage de déchets radioactifs. Par conséquent elle permet d'avancer des arguments nécessaires pour aider à la prévision du comportement d'un massif salifère à long terme.

SOMMAIRE

| | |
|---|----|
| Introduction | 1 |
| PREMIERE PARTIE: GENERALITES | 3 |
| CHAPITRE 1 Influence de l'humidité et des saumures sur le fluage du sel gemme: travaux ^LPages 5 antérieurs. | 5 |
| 1. Généralités sur le fluage du sel gemme. | 5 |
| 2. Influence de l'humidité sur le fluage du sel gemme. | 5 |
| 2.1. Les différents types de fluides présents dans le sel gemme. | 5 |
| 2.2. L'eau dans le cristal de halite: "H ₂ O related defects". | 6 |
| 2.3. Intérêt des études de fluage en conditions "humides". | 7 |
| 2.4. Influence de l'humidité dans les différents domaines de déformation du sel gemme. | 7 |
| 2.4.1. Domaine non dilatant. | 7 |
| 2.4.2. Domaine dilatant. | 8 |
| 3. Mécanismes de déformation du sel gemme en présence de saumures. | 8 |
| 3.1. Mécanisme de lubrification. | 8 |
| 3.2. Mécanisme de décrépitation. | 9 |
| 3.3. Mécanisme de dissolution-cristallisation ou "pressure solution". . . | 9 |
| 3.4. Mécanisme de recristallisation dynamique. | 11 |
| 4. Analyse texturale de la déformation. | 12 |
| 4.1. Méthodes classiques de caractérisation des paramètres texturaux. . | 12 |
| 4.2. Méthodes utilisés au CGI | 12 |
| 4.2.1. Mesure de paramètres physiques. | 12 |
| 4.2.2. Microcellule CGI. | 13 |
| 4.2.3. Analyse automatique d'images. | 13 |
| 5. Résumé des principaux résultats des travaux expérimentaux antérieurs sur les roches salifères du Bassin Bressan et sur le sel de la mine d'Asse. | 14 |
| 5.1. Le sel du Bassin Bressan. | 14 |
| 5.1.1. Le site: cadre géologique et stratigraphique. | 14 |
| 5.1.2. Les lithofaciès: caractéristiques pétrographiques, pétrophysiques et texturales. | 17 |
| 5.1.3. Principaux résultats des travaux déjà réalisés au CGI sur les roches salifères du Bassin Bressan. | 18 |
| 5.2. Le sel de la mine d'Asse. | 20 |
| 5.2.1. Le site et le lithofaciès. | 20 |
| 5.2.2. Influence des saumures sur le fluage du sel de la mine d'Asse. | 21 |
| 6. Conclusion: problématique de l'étude. | 21 |
| DEUXIEME PARTIE: TRAVAUX ET RESULTATS EXPERIMENTAUX | 23 |

| | | |
|------------|---|----|
| CHAPITRE 2 | Méthodologie de l'étude expérimentale | 25 |
| 1. | Principe de l'étude expérimentale. | 25 |
| 2. | Dispositif expérimental. | 25 |
| 2.1. | Introduction. | 25 |
| 2.2. | La microcellule CGI et son environnement. | 25 |
| 2.2.1. | La microcellule CGI. | 25 |
| 2.2.2. | Mesure de la déformation. | 27 |
| 2.2.3. | Système générateur de pression. | 27 |
| 2.2.4. | Système de contrôle de température. | 27 |
| 2.2.5. | Le système d'observation. | 28 |
| 2.3. | Système de contrôle et de mesure d'humidité. | 29 |
| 2.3.1. | Système de génération de l'humidité. | 29 |
| 2.3.2. | Mesure de l'humidité dans l'enceinte climatique. | 29 |
| 2.3.3. | Mesure de l'humidité au voisinage de l'échantillon. | 30 |
| 3. | Sélection et description des échantillons. | 31 |
| 3.1. | Echantillons de sel phénoblastique. | 31 |
| 3.1.1. | Description de l'échantillon P1 de sel phénoblastique. | 31 |
| 3.1.2. | Description de l'échantillon P2 de sel phénoblastique. | 32 |
| 3.2. | Echantillons de sel laiteux. | 32 |
| 3.2.1. | Description des échantillons L1, L2 et L4 de sel laiteux. | 32 |
| 3.2.2. | Description de l'échantillon L3 de sel laiteux. | 35 |
| 3.3. | Echantillons de sel de Dôme. | 35 |
| 3.4. | Préparation des lames épaisses. | 36 |
| 4. | Déroulement des essais. | 37 |
| 4.1. | Phase préliminaire de description détaillée des lames épaisses. | 37 |
| 4.2. | Choix des conditions d'essai. | 37 |
| 4.2.1. | La contrainte et la température. | 37 |
| 4.2.2. | Choix des conditions d'humidité. | 38 |
| 4.2.3. | Récapitulatif des essais effectués. | 39 |
| 4.3. | Conditions de réalisation des observations en cours d'essais. | 40 |
| 4.4. | Méthodes d'analyse et d'exploitation des données. | 41 |
| 4.4.1. | Mesure de déformation. | 41 |
| 4.4.2. | Analyse qualitative et quantitative de la texture. | 41 |
| CHAPITRE 3 | Etude de la déformation globale des échantillons. | 43 |
| 1. | Analyse des courbes de fluage. | 43 |
| 1.1. | Influence de la sollicitation hygrométrique. | 43 |
| 1.2. | Analyse des phases de fluage transitoire. | 47 |
| 1.3. | Analyse des phases de fluage stationnaire. | 47 |
| 2. | Déformations globales des lames épaisses. | 48 |
| 2.1. | Echantillons de sel laiteux du Bassin Bressan. | 48 |
| 2.2. | Echantillons de sel de dôme de la mine d'Asse. | 53 |
| 2.3. | Echantillons de sel phénoblastique du Bassin Bressan. | 56 |
| 3. | Conclusion. | 58 |
| CHAPITRE 4 | Analyse comparative de l'évolution texturale et microstructurale des différents types de sel gemme. | 61 |
| 1. | Evolution détaillée des marqueurs texturaux et microstructuraux. | 61 |
| 1.1. | Evolution des joints de grains. | 61 |
| 1.1.1. | Forme et état de surface. | 61 |

| | |
|---|-----|
| 1.1.2. Orientation des joints. | 62 |
| 1.2. Evolution des inclusions fluides intercrystallines. | 67 |
| 1.3. Evolution des inclusions fluides intracrystallines. | 69 |
| 2. Evolution des grains de halite. | 71 |
| 2.1. Sel laiteux du Bassin Bressan. | 71 |
| 2.2. Sel de dôme de la mine d'Asse. | 74 |
| 2.3. Sel phénoblastique du Bassin Bressan. | 75 |
| 3. Déformation des plages polycrystallines de halite. | 75 |
| 3.1. La texture du sel laiteux. | 76 |
| 3.2. La texture du sel hyperlaiteux. | 78 |
| 3.3. la texture du sel de dôme. | 78 |
| 4. Comportement des phases non halitiques. | 78 |
| 4.1. Cas de la matrice carbonatosulfatée microporeuse en plages bien individualisées. | 78 |
| 4.2. Cas de la matrice carbonato-sulfatée en plages à contours diffus et à halite d'imprégnation. | 80 |
| 4.3. Réaction de l'hydrolyse de la halite. | 83 |
| 5. Conclusion | 83 |
| CHAPITRE 5 Etude de la thermomigration des inclusions fluides au cours d'un essai en humidité imposée | 85 |
| 1. Introduction. | 85 |
| 2. Comportement des inclusions intracrystallines. | 86 |
| 3. Comportement des inclusions intercrystallines. | 88 |
| 4. Conclusions. | 89 |
| TROISIEME PARTIE: INTERPRETATION ET SYNTHESE | 91 |
| CHAPITRE 6 Interaction des principaux paramètres conditionnant l'influence de l'humidité sur la déformation du sel. | 93 |
| 1. Influence de la microstructure des cristaux de halite sur la ductilité du sel gemme. | 93 |
| 1.1. Le cristal de halite limpide. | 93 |
| 1.2. Le cristal de halite laiteuse. | 95 |
| 1.3. Le cristal de halite recristallisée. | 95 |
| 2. Analyse de l'action mutuelle de la texture et de l'humidité. | 96 |
| 2.1. Interprétation de la déformation au niveau des joints de grains. | 97 |
| 2.2. Autres réactions physico-chimiques dues à l'humidité. | 100 |
| 2.2.1. Hydratation de l'anhydrite. | 100 |
| 2.2.2. Hydrolyse de la halite. | 100 |
| 2.3. Proposition d'un modèle de transfert de saumures. | 101 |
| 3. Influence du couple température-humidité. | 102 |
| 4. Conclusions. | 104 |
| CHAPITRE 7 Apport de l'étude à la prévision de la répartition et de l'évolution des mécanismes de déformation du sel gemme autour d'une galerie en présence de chaleur et d'humidité. | 105 |

| | |
|--|-----|
| 1. Sel laiteux du Bassin Bressan. | 106 |
| 2. Sel phénoblastique du Bassin Bressan. | 107 |
| 3. Sel de dôme de la mine d'Asse | 108 |
| 4. Conclusions. | 109 |
| CONCLUSIONS GENERALES | 111 |
| BIBLIOGRAPHIE | 117 |

FIGURES

| | | |
|-------------|--|----|
| Figure 1 : | Nature et description des fluides existants dans les roches halitiques. | 6 |
| Figure 2 : | Représentation schématique du mécanisme de lubrification en présence de fluide. | 9 |
| Figure 3 : | Représentation schématique d'un transfert de matière résultant du fluage par dissolution-cristallisation d'un matériau polycristallin. . | 10 |
| Figure 4 : | Carte structurale de l'Est de la France (d'après Curial, 1987) . . | 14 |
| Figure 5 : | Carte structurale schématique du Bassin Bressan et position des formations salifères (d'après Bergerat et al, 1989) | 15 |
| Figure 6 : | Log stratigraphique synthétique de la série salifère du Bassin Bressan dans le région d'Etrez (d'après Curial, 1987). | 16 |
| Figure 7 : | Représentation schématique de la microcellule CGI. | 26 |
| Figure 8 : | Représentation schématique du principe de l'essai mécanique en microcellule CGI sur une lame épaisse de sel gemme. | 26 |
| Figure 9 : | Représentation schématique d'une boîte de maintien de température avec ou sans gradient. | 28 |
| Figure 10 : | Représentation schématique d'une microcellule CGI dont la partie supérieure est enlevée ce qui permet de voir les deux thermocouples pour l'imposition d'un gradient thermique et le capteur de mesure d'humidité. | 30 |
| Figure 11 : | Cliché photographique et représentation schématique montrant l'état initial avant essai de la face dessus de l'échantillon P1 de sel phénoblastique du Bassin Bressan. | 33 |
| Figure 12 : | Cliché photographique et représentation schématique montrant l'état initial avant essai de la face dessus de l'échantillon P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan. | 33 |
| Figure 13 : | Clichés photographiques montrant l'état initial avant essai de la face dessous des deux échantillons L1 et L2 de sel laiteux du Bassin Bressan et représentation schématique simplifiée de L1. . . . | 34 |
| Figure 14 : | Cliché photographique et représentation schématique montrant l'état initial avant essai de la face dessus de l'échantillon L3 de sel laiteux du Bassin Bressan. | 34 |
| Figure 15 : | Clichés photographiques montrant l'état initial avant essai de la face dessus de l'échantillon D3 et de la face dessous de l'échantillon D2. Représentation schématique simplifiée de D3. | 36 |
| Figure 16 : | Exemple d'application des conditions de contrainte, température et degré hygrométrique lors d'un essai à long terme en microcellule CGI. | 38 |
| Figure 17 : | Courbes de déformation de l'échantillon D1 de sel de dôme de la mine d'Asse obtenue lors d'un essai de fluage de longue durée en microcellule à 22°C sous plusieurs paliers d'humidité imposée. . . | 44 |
| Figure 18 : | Courbes de déformation obtenues à partir des essais de fluage de longue durée en microcellule. | 45 |
| Figure 19 : | Courbes de déformation obtenues à partir de deux essais de fluage de courte durée en microcellule. | 46 |
| Figure 20 : | Courbes de déformation en phase sèche de tous les échantillons de sel pur (sel laiteux et sel de dôme) lors des essais de fluage en microcellule. | 47 |
| Figure 21 : | Courbes de déformation en phase humide de tous les échantillons de sel pur (sel laiteux et sel de dôme) lors des essais de fluage en microcellule. | 48 |
| Figure 22 : | Clichés photographiques montrant l'évolution de la face dessous de l'échantillon L1 au cours de sa déformation en phase sèche et | |

| | | |
|-------------|--|----|
| | humide lors d'un essai en microcellule. La zone laiteuse à gauche se déforme plus rapidement que la zone limpide à droite. | 49 |
| Figure 23 : | Clichés photographiques des lames épaisses L1, L2 et L3 de sel laiteux du Bassin Bressan avant essai (face dessus à gauche et face dessous à droite). L1 et L2 se caractérisent par la présence d'une zone limpide à droite et d'une zone laiteuse à gauche tandis que L3 est essentiellement constitué de halite laiteuse. | 50 |
| Figure 24 : | Clichés photographiques des lames épaisses L1, L2 et L3 de sel laiteux du Bassin Bressan après essai, la face dessus est à gauche et la face dessous à droite. Dans Les lames L1 et L2 la halite laiteuse se déforme plus rapidement que la halite limpide tandis que la lame L3 se déforme de manière plus ou moins homogène. . | 51 |
| Figure 25 : | Courbes de déformation des zones laiteuse et limpide de l'échantillon L1 et L2 de sel laiteux du Bassin Bressan. | 52 |
| Figure 26 : | Evolution de la distance entre deux points repères de l'échantillon L1 de sel laiteux du Bassin Bressan | 53 |
| Figure 27 : | Clichés photographiques des lames épaisses D2 et D3 de sel de dôme de la mine d'Asse avant essai, la face dessus est à gauche et la face dessous à droite. Les échantillons constitués de sel gemme pur montrent beaucoup de joints de grains ouverts suite aux opérations (carottage, usinage de la lame) qui fragilisent inévitablement l'échantillon. | 54 |
| Figure 28 : | Clichés photographiques des lames épaisses D2 et D3 de sel de dôme de la mine d'Asse après essai, la face dessus est à gauche et la face dessous à droite. En plus de la déformation plastique des échantillons, les mécanismes fragiles (fissuration, ouverture de joints, décollement de grains) sont particulièrement importants dans le sel de dôme sous l'influence de l'humidité. | 55 |
| Figure 29 : | Clichés photographiques des lames épaisses P1 et P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan avant essai, la face dessus est à gauche et la face dessous à droite. L'échantillon P1 se caractérise par sa richesse en halite et par la présence d'une matrice carbonatosulfatée très imprégnée de halite tandis que P2 moins riche en halite se caractérise par la présence d'une matrice carbonatosulfatée microporeuse et bien individualisée. | 56 |
| Figure 30 : | Clichés photographiques des lames épaisses P1 et P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan après essai (face dessus à gauche et face dessous à droite pour P1; seule la face dessous de P2 a pu être photographiée en raison de la rupture de l'échantillon). Sous l'action de l'humidité et la température l'hydratation de l'anhydrite en gypse a lieu au niveau de la matrice carbonatosulfatée microporeuse abondante dans P2. Le gonflement important qui accompagne cette réaction a entraîné la rupture de P2. | 57 |
| Figure 31 : | Clichés photographiques montrant deux types de joints entre grains de halite. (A): joint de surface lisse et simple dans le sel de dôme. (B): joint de surface rugueuse et complexe dans le sel laiteux. . . . | 61 |
| Figure 32 : | Représentation schématique de sections à travers des joints de grains de halite. (A): joint de courbure très simple dans le sel de dôme de la mine d'Asse. (B): joint de courbure complexe dans le sel laiteux du Bassin Bressan. | 62 |
| Figure 33 : | Clichés photographiques illustrant la déformation en cisaillement de joints de grains sous l'influence de l'humidité dans l'échantillon L3 de sel laiteux du Bassin Bressan (A) et dans l'échantillon D1 de sel de dôme de la mine d'Asse (B) au cours d'essais en microcellule. | 63 |
| Figure 34 : | Représentation schématique de la déformation en cisaillement de joints de grains sous l'influence de l'humidité. A: dans le sel laiteux (échantillon L3) le cisaillement se traduit par une déformation plastique au voisinage du joint. B: dans le sel de dôme | |

| | | |
|-------------|--|----|
| | (échantillon D1) le cisaillement se manifeste par un glissement gain sur grain au niveau du joint. | 63 |
| Figure 35 : | Clichés photographiques montrant deux états de déformation par dissolution-cristallisation au niveau d'un joint de grain de l'échantillon L2 de sel laiteux du Bassin Bressan au cours d'un essai en microcellule en conditions humides. | 65 |
| Figure 36 : | Clichés photographiques mettant en évidence la microstylolitisation dans les joints de grains de l'échantillon L3 de sel laiteux du Bassin Bressan au cours d'un essai en microcellule en conditions humides. | 66 |
| Figure 37 : | Représentation schématique de la déformation d'un joint de grains en escalier dans l'échantillon L3 de sel laiteux du Bassin Bressan au cours d'un essai en conditions humides. | 66 |
| Figure 38 : | Clichés photographiques montrant deux étapes dans la formation d'un film continu de saumures dans un joint de grains de l'échantillon L4 de sel laiteux du Bassin Bressan au cours d'un essai en microcellule en conditions humides. Après 15 jours de déformation dans un environnement humide à 80%, un film continu de saumures s'est constitué dans le joint à partir des inclusions intercristallines préexistantes. | 68 |
| Figure 39 : | Clichés photographiques montrant l'évolution de la déformation des joints de grains a et b de l'échantillon D3 de sel de dôme de la mine d'Asse au cours d'un essai en microcellule en conditions humides. Initialement (t=0) le joint a est ouvert tandis que seules les inclusions fluides permettent de voir le joint b totalement fermé. L'action de l'humidité se traduit principalement par la saturation des joints en saumures. | 68 |
| Figure 40 : | Représentation schématique de l'évolution d'un joint de grains depuis l'état in situ jusqu'à la fin d'un essai en microcellule. . . . | 69 |
| Figure 41 : | Clichés photographiques montrant l'aspect avant et après essai d'une inclusion fluide dans un phénoblaste de l'échantillon P1 de sel phénoblastique du Bassin Bressan. | 70 |
| Figure 42 : | Clichés photographiques montrant l'aspect d'une inclusion fluide dans un phénoblaste de l'échantillon P2 de sel phénoblastique durant la phase humide d'un essai en microcellule. | 70 |
| Figure 43 : | Clichés photographiques montrant plusieurs étapes de la déformation d'un grain de halite de l'échantillon L2 du Bassin Bressan lors des phases sèche puis humide d'un essai en microcellule. Sous l'action de l'humidité (55%) imposée à partir de 59j l'ouverture des joints déjà ouverts s'accentue tandis qu'une déformation plastique intense se développe dans les voisinages des autres joints dont la rugosité empêche les glissements grain sur grain. | 72 |
| Figure 44 : | Courbe d'évolution du rapport longueur/largeur en surface du grain de halite de la figure 43 lors d'un essai de fluage en microcellule. | 73 |
| Figure 45 : | Clichés photographiques montrant l'évolution d'un nuage d'inclusions solides dans un grain de halite de l'échantillon L2 de sel laiteux du Bassin Bressan (A. vue d'ensemble; B. vue de détail de la zone b). | 73 |
| Figure 46 : | Clichés photographiques représentant quelques étapes de la déformation d'un grain de halite de l'échantillon D3 du sel de dôme de la mine d'Asse en phases sèche puis humide d'un essai en microcellule. Dès l'augmentation du taux d'humidité de 0% à 70% au 25 ^{ème} jour la lubrification et le glissement grain sur grain sont très actifs conduisant au détachement presque total du grain des grains voisins. | 74 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Figure 47 : | Courbe d'évolution du rapport des deux diagonales de la section du grain de halite de la figure 46 lors d'un essai de fluage en microcellule. | 75 |
| Figure 48 : | Clichés photographiques montrant deux étapes de la déformation d'un phénoblaste de halite de l'échantillon P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan pendant la phase humide de l'essai en microcellule. Sous l'action de l'humidité (55%) des clivages apparaissent dans le grain de halite; la courbure de ces clivages attestent d'une déformation plastique postérieure de la halite. | 76 |
| Figure 49 : | Clichés photographiques montrant trois types de textures observés dans les échantillons de sel gemme pur (voir fig. 50). | 77 |
| Figure 50 : | Représentation schématique des trois types de texture observés dans les échantillons de sel gemme pur. A: sel laiteux montrant une texture à grains bien individualisés riches en inclusions fluides disposées en chevrons qui attestent d'une anisotropie cristalline. B: texture de sel hyperlaiteux caractérisée par les contacts flous entre grains et par une anisotropie cristalline prononcée. C: texture du sel de dôme à grains de halite pure montrant une anisotropie morphologique sans aucune orientation cristalline préférentielle. | 77 |
| Figure 51 : | Clichés photographiques montrant la déformation sous l'influence de l'humidité d'une zone à dominante non halitique dans l'échantillon P1 de sel phénoblastique du Bassin Bressan lors d'un essai de fluage en microcellule. La dégradation considérable de la matrice carbonatosulfatée est due à l'hydratation partielle de l'anhydrite en gypse. | 79 |
| Figure 52 : | Clichés photographiques mettant en évidence la formation de cristaux de gypse le long de la fissure (a) dans une zone de matrice carbonatosulfatée imprégnée par la halite de l'échantillon P1 de sel phénoblastique du bassin Bressan. | 80 |
| Figure 53 : | Diffractogramme des rayons X obtenu par analyse du résidu de dissolution à l'eau de l'échantillon P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan. Mise en évidence de l'existence de gypse. | 81 |
| Figure 54 : | Clichés photographiques montrant l'évolution sous l'influence de l'humidité de baguettes d'anhydrite en surface de l'échantillon D3 de sel de dôme de la mine d'Asse au cours d'un essai en microcellule. Les baguettes d'anhydrite se transforment partiellement en gypse. | 81 |
| Figure 55 : | Mise en évidence de la migration d'une inclusion fluide intracristalline du fait d'un gradient de contrainte. A: sous l'action de l'humidité les contraintes se concentrent essentiellement au niveau de la matrice microporeuse individualisée à gauche du grain de halite ce qui conduit à l'établissement d'un gradient de contrainte qui est à l'origine de la migration de l'inclusion fluide i vers la zone de faible compression à droite. B: de 200j à 280j sous un taux d'humidité relative de 55% l'inclusion fluide a migré laissant en place la petite inclusion solide qu'elle contenait initialement. | 82 |
| Figure 56 : | Clichés photographiques montrant l'aspect avant et après un essai avec gradient thermique de deux inclusions fluides dans un cristal de halite du sel laiteux du Bassin Bressan (échantillon L4). Pendant leur migration les inclusions ont changé de forme notamment leur face arrière qui devient irrégulière et rugueuse. | 87 |
| Figure 57 : | Clichés photographiques montrant l'influence d'un joint ouvert entre deux cristaux de halite sur la thermomigration des inclusions fluides dans l'échantillon L4 de sel laiteux lors d'un essai avec gradient thermique. Au contact du joint, les inclusions perdent une partie de leurs saumures qui est remplacée par une bulle de gaz. | |

| | | |
|-------------|--|-----|
| | Ces inclusions devenues biphasiques peuvent ensuite migrer dans le sens opposé à la source de chaleur. | 87 |
| Figure 58 : | Clichés photographiques mettant en évidence la traversée d'un joint (repère a) entre deux cristaux de halite par une inclusions fluide en migration (repère b) lors d'un essai en microcellule avec gradient thermique (échantillon L4 de sel laiteux). Sous l'action de l'humidité (80%) le joint devient saturé en saumures ce qui favorise la traversée de l'inclusion. | 88 |
| Figure 59 : | Clichés photographiques mettant en évidence l'évolution d'inclusions fluides disposées dans un plan de clivage ouvert, subparallèle au gradient de température lors d'un essai en microcellule (échantillon L4 de sel laiteux). Les inclusions s'allongent dans la direction du gradient; certaines tendent à migrer lentement vers la source de chaleur. | 89 |
| Figure 60 : | représentation schématique de l'influence de la microstructure sur la ductilité des cristaux de halite provenant des différents types de sel gemme (A. cristal de halite limpide; B. cristal de halite laiteuse; C. cristal de halite recristallisée). | 94 |
| Figure 61 : | Représentation schématique de la déformation par glissement au niveau d'un joint en dents de scie dans le sel de dôme de la mine d'Asse. | 98 |
| Figure 62 : | Représentation schématique en trois étapes de la déformation au niveau d'un joint de grains par le mécanisme plasticité-dissolution (d'après Pharr et Ashby, 1983). | 99 |
| Figure 63 : | Représentation schématique des différents types de migration de saumures sous gradient thermique dans le sel laiteux du Bassin Bressan. | 102 |
| Figure 64 : | Représentation schématique de l'influence du couple température-humidité dans un joint d'épaisseur variable entre deux cristaux de halite. | 103 |
| Figure 65 : | Représentation schématique des domaines de déformation d'un massif de sel gemme autour d'une galerie en présence de chaleur et d'humidité (d'après Cristescu et Hunsche, 1993). | 105 |
| Figure 66 : | Représentation schématique de la répartition des mécanismes de déformation d'un massif de sel laiteux autour d'une galerie dont les parois sont en présence de chaleur et d'humidité. | 106 |
| Figure 67 : | Représentation schématique de la répartition probable des mécanismes de déformation d'un massif de sel phénoblastique autour d'une galerie en présence de chaleur et d'humidité. | 108 |
| Figure 68 : | Représentation schématique de la répartition probable des mécanismes de déformation d'un massif de sel de dôme autour d'une galerie en présence de chaleur et d'humidité. | 109 |

TABLEAUX

| | | |
|-------------|--|----|
| Tableau 1 : | Résistance limite du sel du Bassin Bressan en fonction de la température (d'après Charpentier et Bérest, 1985). | 37 |
| Tableau 2 : | Récapitulation des conditions expérimentales des essais de fluage en microcellule. | 39 |
| Tableau 3 : | Valeur des taux et des vitesses de déformation mesurés au cours des phases sèches et humides lors des essais. | 46 |
| Tableau 4 : | Récapitulation des différents éléments texturaux et de leur influence sur la déformation du sel gemme notamment sous l'action de l'humidité. | 96 |
| Tableau 5 : | Récapitulation des principaux paramètres texturaux et de leur influence sur la déformation du sel gemme sous l'action de l'humidité. | 97 |

Introduction

Dans le cadre des études des possibilités de stockage souterrain des déchets radioactifs, de nombreux travaux expérimentaux réalisés sur la rhéologie du sel gemme ont abouti à une bonne connaissance de son comportement thermomécanique.

Cependant l'influence de l'eau et de sa vapeur sur la déformation du sel gemme a été négligée et demeure mal connue. De ce fait la plupart des modèles de fluage de sel gemme sont difficilement généralisables car ils ne tiennent pas compte de la présence des saumures in situ.

Le sel naturel contient toujours des saumures en petites quantités sous forme d'inclusions piégées dans les grains ou dans les joints de grains. En outre dans le cas de sel gemme exposé (galeries souterraines, tunnels, mines, etc.), l'humidité de l'atmosphère s'infiltré au niveau des joints de grains où elle peut déclencher des mécanismes tels que des glissements ou des microstylolitisations qui peuvent contribuer fortement à la déformation totale de la roche.

Cette étude a pour objet d'identifier et d'analyser les mécanismes de déformation du sel gemme sous influence de l'humidité. On s'est attaché également à mettre en évidence les éventuelles différences entre le comportement du sel en conditions "humides" et son comportement en conditions "sèches".

La méthode utilisée est celle de l'analyse texturale et microstructurale de la déformation. Le principe est de suivre visuellement l'évolution des différents éléments texturaux d'un échantillon au cours de sa déformation sous des conditions de contrainte, de température et d'humidité imposées. Les échantillons étudiés proviennent de deux sites différents par leur histoire géologique : le Bassin Bressan et le dôme de la mine d'Asse (Allemagne).

L'originalité de cette étude réside dans le fait qu'elle est basée sur le couplage de trois paramètres essentiels dans le fluage du sel gemme: la texture, la température (avec et sans gradient) et l'humidité. Dans ce sens elle tend à reconstituer de manière réaliste l'état des conditions susceptibles de se réunir à proximité d'une galerie de stockage de déchets radioactifs et permet d'avancer des arguments nécessaires pour aider à la prévision du comportement d'un massif salifère à long terme.

PREMIERE PARTIE: GENERALITES

Chapitre 1

Influence de l'humidité et des saumures sur le fluage du sel gemme: travaux antérieurs.

1. Généralités sur le fluage du sel gemme.

Durant les deux dernières décennies de nombreuses études expérimentales de déformation ont été réalisées sur les roches halitiques et il est largement admis que le fluage du sel est dominé par les mécanismes de glissement plan sur plan et de montée des dislocations que ce soit dans des conditions expérimentales ou dans des conditions naturelles (Carter & Hansen, 1983). Ce mouvement de dislocations s'accompagne de la formation d'une sous-structure constituée par des sous-grains légèrement désorientés les uns par rapport aux autres. De plus, la densité de dislocations augmente avec la contrainte différentielle appliquée (Beeman et Kohlstedt, 1988).

La loi rhéologique de ce fluage exprime l'évolution de la vitesse de déformation stationnaire $\dot{\epsilon}_s$ sous la forme:

$$\dot{\epsilon}_s = A \cdot \sigma^n \cdot \exp(-Q/(RT))$$

avec A : facteur de structure
 Q : énergie d'activation
 n : exposant
 R : constante des gaz parfaits
 T : température
 σ : contrainte

Des expériences récentes (Spiers, 1986 et 1990; Urai, 1986) ont montré qu'en présence de saumures le comportement mécanique du sel est fortement influencé par des mécanismes comme la dissolution-cristallisation et la recristallisation dynamique. Il est donc essentiel de tenir compte de la présence des fluides pour avoir un modèle valable de comportement.

2. Influence de l'humidité sur le fluage du sel gemme.

2.1. Les différents types de fluides présents dans le sel gemme.

Les fluides sont présents dans les roches halitiques sous plusieurs formes comme le montre la figure 1.

Parmi les liquides, seules les saumures nous intéressent ici. Celles ci existent dans le sel soit sous la forme d'inclusions intracristallines piégées dans les grains, soit sous la forme de films ou d'inclusions dans les discontinuités du solide par exemple des joints de grains, des fissures, des clivages ou dans l'espace poral d'une plage de matrice telle qu'on en observe dans le sel phénoblastique du Bassin Bressan. On peut penser que dans un massif salifère intact, l'espace poral des phases non halitiques microporeuses est saturé par

de la saumure alors qu'il n'est que partiellement occupé par des liquides dans les échantillons dont on dispose pour nos expérimentations.

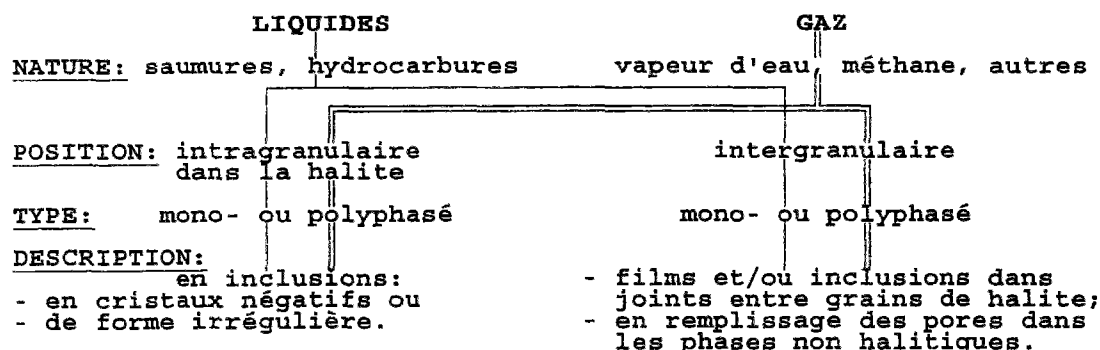


Figure 1 : Nature et description des fluides existants dans les roches halitiques.

Dans les échantillons décomprimés on constate que les saumures, qu'elles occupent une position intragranulaire ou intergranulaire, coexistent généralement avec une phase gazeuse. Il est dès lors évident que l'humidité de l'atmosphère en contact avec le sel gemme joue un rôle important sur ses propriétés et son comportement car la pression partielle de vapeur d'eau intervient directement sur l'équilibre halite-saumure-gaz. De plus on peut penser que la vapeur d'eau peut s'infiltrer facilement dans les discontinuités de la roche (ouvertures aux joints de grains, espace poral, fissures...), pourvu qu'il existe une certaine connexité entre elles. Par ailleurs, la diffusion des molécules d'eau à travers le réseau cristallin semble également possible.

2.2. L'eau dans le cristal de halite: "H₂O related defects".

Bien que peu nombreuses, des observations ont montré que les molécules d'eau peuvent, dans une certaine mesure, pénétrer dans le réseau cristallin du sel. Il a été ainsi observé que les inclusions fluides pouvaient disparaître au cours de la déformation pour réapparaître ensuite au moment de la décompression (Franssen et Spiers 1990). D'autre part Van Hasselt (1991) a observé que le mouvement des dislocations est affecté au voisinage des inclusions fluides intragranulaires.

L'analyse des caractéristiques d'absorption dans le visible, l'infrarouge ou l'ultraviolet ainsi que la mise en oeuvre de techniques basées sur la résonance magnétique mettent en évidence la possibilité d'une certaine diffusion des molécules d'eau à travers le réseau cristallin de la halite. Cette diffusion s'accompagne de la création de défauts: "H₂O related defects". Parmi ces défauts on peut citer:

-les atomes d'hydrogène qui peuvent s'incorporer en position interstitielle et les ions hydrures H⁻ qui peuvent venir en substitution des ions Cl⁻;

-les ions O²⁻ qui viennent en substitution des ions Cl⁻ et peuvent réagir avec les ions Ca²⁺ dans les sites de Na⁺ et réduire ainsi les vides interioniques;

-les ions OH⁻ qui peuvent se substituer aux ions Cl⁻.

Si l'influence de ces défauts sur les propriétés physiques du sel, particulièrement à faible température (23°C), semble relativement bien connue il n'en est pas de même pour l'influence sur les propriétés mécaniques.

2.3. Intérêt des études de fluage en conditions "humides".

Pendant le forage et le façonnage des échantillons de sel gemme, ces derniers perdent et/ou échangent une plus ou moins grande partie des fluides initialement contenus dans les joints de grains. Par ailleurs au cours des essais de fluage les conditions expérimentales appliquées (pression et température) facilitent l'expulsion et/ou l'évaporation des saumures.

C'est pour cette raison que la plupart des modèles de fluage du sel gemme sont difficilement généralisables. En effet, ces modèles sont basés sur des essais faits à "sec" et ne tiennent pas compte de la présence des fluides. Ils ne peuvent donc pas être utilisés pour prévoir ou simuler les divers comportements du sel gemme dans le massif, en conditions naturelles ou près des ouvrages souterrains (Uraï, 1986).

Les études expérimentales en laboratoire de l'influence des fluides sur la déformation du sel gemme nécessitent un apport extérieur de molécules d'eau. Deux techniques sont pour cela couramment utilisées:

- la saturation en saumures sous pression du sel granulaire pendant les essais de compactage (Spiers, 1990);
- l'humidification de l'atmosphère ambiante d'un échantillon de sel au cours de sa déformation (Schulze, 1991).

Mais l'étude de l'influence de l'humidité peut avoir également pour objectif de prévoir le comportement du sel exposé à l'humidité de l'atmosphère ambiante comme c'est le cas dans les mines ainsi que dans les cavités et galeries de stockage souterrain. Dans les mines de sel il est d'ailleurs reconnu que, les variations d'humidité de l'air distribué par le système d'aérage ont des conséquences, parfois indésirables, sur le comportement mécanique des piliers et des parois de galeries.

2.4. Influence de l'humidité dans les différents domaines de déformation du sel gemme.

Selon Spiers (1986) on doit distinguer dans l'espace contrainte-température deux domaines, *non-dilatant* et *dilatant*, qui se différencient nettement vis à vis du rôle que peuvent jouer les fluides et l'humidité dans le comportement thermomécanique du sel.

2.4.1. Domaine non dilatant.

Ce domaine est associé à une pression moyenne élevée et une contrainte déviatorique faible, le mécanisme qui prédomine est celui du transfert assisté par diffusion de fluide (fluid assisted diffusion transfer ou FADT): lorsque des saumures sont présentes aux joints de grains, même en très faibles quantités, un transfert de matière peut s'établir sous l'effet d'un gradient d'énergie libre. Dans ce domaine non dilatant la quantité de saumures présente aux joints de grains n'a pas d'influence sur les mécanismes du fluage et on peut donc penser qu'il en est de même de l'humidité ambiante.

En négligeant la recristallisation assistée par fluides, Spiers exprime la vitesse de déformation comme suit

$$\dot{\epsilon}_{\text{tot}} = \dot{\epsilon}_{\text{dis}} + \dot{\epsilon}_{\text{FADT}}$$

avec $\dot{\epsilon}_{\text{tot}}$: vitesse de déformation totale
 $\dot{\epsilon}_{\text{dis}}$: vitesse de déformation par fluage de dislocation
 $\dot{\epsilon}_{\text{FADT}}$: vitesse de déformation par le mécanisme de transfert assisté par diffusion de fluide

On peut dire que in situ loin des galeries de stockage, le massif rocheux se situe dans le domaine non dilatant.

2.4.2. Domaine dilatant.

Ce domaine de l'espace contrainte-température correspond à une pression moyenne faible et une contrainte déviatorique élevée. Le mécanisme de FADT n'intervient pas mais en revanche le comportement en fluage du sel dépend fortement de l'humidité. On est alors tenté d'écrire pour ce domaine:

$$\dot{\epsilon}_{\text{tot}} = \dot{\epsilon}_{\text{dis}} + \dot{\epsilon}_{\text{humidité}}$$

En profondeur, dans un massif salifère, on doit considérer que la roche à proximité d'une galerie de stockage se situe dans le domaine dilatant. Ceci justifie en pratique qu'on se préoccupe de l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique du sel. Dans le cas particulier d'un éventuel dépôt souterrain de déchets radioactifs on sait de plus qu'une forte élévation de température est à prévoir et qu'un gradient thermique s'établit dans le sel gemme. Les contrastes de dilatation thermique entre les différents minéraux peuvent accentuer la microfissuration et les ouvertures aux joints de grains ce qui va augmenter la perméabilité du sel. D'autre part la thermomigration des inclusions fluides offre une possibilité supplémentaire de libération de saumures. Du fait des différents gradients existants dans le massif l'équilibre halite-saumure-vapeur ne satisfera pas aux mêmes conditions d'un point à l'autre. Localement les molécules d'eau auront tendance à passer en phase gazeuse (évaporation), ailleurs elles auront tendance à passer en phase liquide (condensation). Des transferts complexes de saumures et/ou de vapeur d'eau entre zones plus ou moins fissurées et/ou entre zones plus ou moins chaudes sont donc possibles. La déformation du sel dans ces zones dilatantes sera alors fortement conditionnée par le rôle joué par les saumures et par l'humidité. L'hydratation et l'hydrolyse de certaines phases minérales sont également à prendre en compte du fait des variations de volume positives ou négatives qu'elles engendrent.

3. Mécanismes de déformation du sel gemme en présence de saumures.

Les études expérimentales montrent qu'en présence de saumures ou suite à une augmentation du degré d'humidité ambiante le fluage du sel gemme s'accélère. Plusieurs mécanismes de déformation ont été proposés pour expliquer ce phénomène et tenter d'établir un modèle de fluage en présence de saumures.

3.1. Mécanisme de lubrification.

Le fluide présent dans les joints entre grains de halite est supposé jouer le rôle de lubrifiant permettant ainsi aux grains de glisser les uns sur les autres plus facilement (fig. 2). La contrainte de cisaillement τ qui s'établit entraîne un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ qui s'exprime par l'expression:

$$\dot{\gamma} = (e/(e+d)).\tau/\mu$$

avec d : dimension des grains
 e : épaisseur du film fluide entre les grains
 μ : viscosité du fluide

si on considère que le volume est constant durant l'écoulement, on peut exprimer la vitesse de déformation axiale comme suit:

$$\dot{\epsilon} = \alpha.(e/(e+d)).\sigma/\mu$$

avec σ : contrainte déviatorique
 α : constante ($\approx 1/3$)

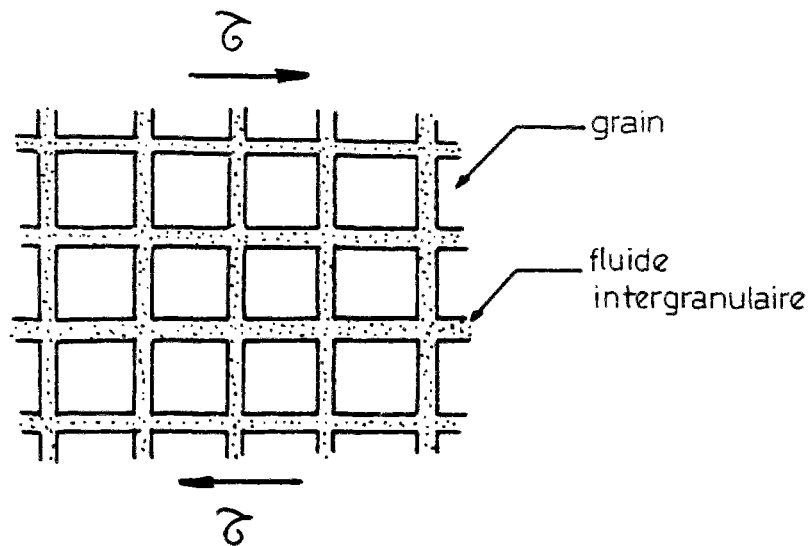


Figure 2 : Représentation schématique du mécanisme de lubrification en présence de fluide.

Ce modèle a l'inconvénient de se baser sur une géométrie exagérément simplifiée et suppose l'indéformabilité des grains ce qui est une hypothèse peu réaliste. Par ailleurs Pharr et Ashby (1983) ont mis en cause la validité de ce mécanisme par des essais de fluage effectués sur le sel et le sucre et qui montrent que le fluage ne s'accélère qu'en présence de fluides solvants du matériau en question, c'est le cas des saumures pour le sel. Ce résultat laisse penser à un phénomène de dissolution-cristallisation qui serait actif en présence des saumures dans les joints de grains.

3.2. Mécanisme de décrépitation.

L'augmentation de la température provoque une augmentation de la pression interne du fluide contenu dans l'inclusion. Lorsque cette augmentation est lente, l'accumulation de l'énergie est progressive et peut se dissiper par dissolution ou par déformation plastique des parois de l'inclusion fluide. Mais en cas de variation thermique brutale l'énergie rapidement accumulée provoque l'apparition des clivages et l'ouverture des joints de grains ce qui conduit à l'éclatement de l'inclusion. C'est le phénomène bien connu de "décrépitation".

Les valeurs de pression interne des inclusions fluides à la rupture dépendent de nombreux facteurs tels que la forme, les dimensions ou la position de l'inclusion.

3.3. Mécanisme de dissolution-cristallisation ou "pressure solution".

Ce phénomène proposé originellement pour expliquer la ségrégation métamorphique dans les roches est de plus en plus utilisé pour expliquer la déformation des ensembles géologiques (Durney, 1972; Rutter, 1976; Ashby, 1983; Urai, 1983; Spiers, 1985). Le concept est analogue au mécanisme classique de fluage par diffusion qui apparaît dans les polycristaux à des températures élevées. Il implique trois étapes (fig. 3):

- dissolution du matériau dans la phase liquide dans les régions de forte concentration de contraintes;
- migration du soluté à travers le fluide dans les joints de grains;

-précipitation de la phase solide dans les régions de faible compression.

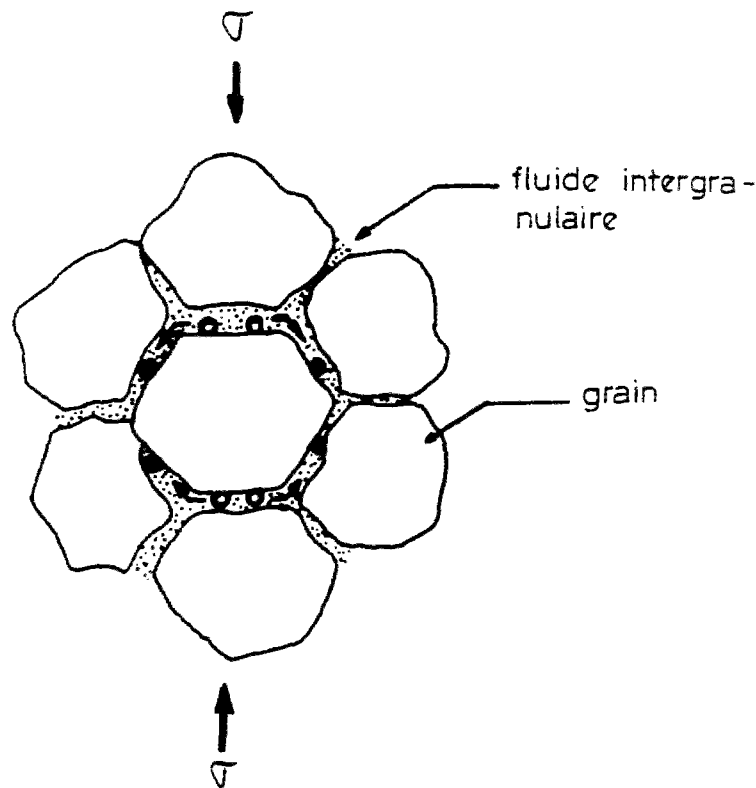


Figure 3 : Représentation schématique d'un transfert de matière résultant du fluage par dissolution-cristallisation d'un matériau polycristallin.

Plusieurs modèles ont été développés pour décrire ce mécanisme (Rutter, 1976; Raj, 1982; Spiers & Schutjens, 1990). L'examen de ces modèles montre qu'ils diffèrent entre eux par quelques hypothèses.

1- La forme sous laquelle sont présents les fluides dans les joints de grains. Certains modèles supposent l'existence d'un film fluide fin fortement adsorbé (Rutter, 1976). D'autres modèles optent pour un réseau d'îlots-canaux dynamiquement stable contenant des fluides de pression uniforme (Raj, 1982; Spiers et Schutjens, 1990).

2- L'énergie motrice du transfert de masse. La majorité des modèles considèrent qu'elle est apportée par un gradient dans le terme $\sigma_n \Omega$, Ω étant le volume moléculaire de la phase solide (Rutter, 1976). Quelques modèles récents considèrent que le moteur du transfert réside dans le gradient du potentiel chimique du solide au niveau de l'interface solide/fluide (Spiers & Shutjens, 1990). Le champ de flux de matière autour des grains est déterminé par la cinétique de dissolution, de diffusion ou de précipitation; la vitesse de fluage étant contrôlée par celui de ces trois qui est le plus lent.

En considérant que la vitesse de fluage est limitée par la cinétique de dissolution, on peut écrire:

$$\dot{\epsilon} = ((K_1 \cdot \Omega) / k \cdot T \cdot d) \cdot \sigma$$

| | | |
|------|---|--|
| Avec | $\dot{\epsilon}$: vitesse de déformation K_1 : constante cinétique Ω : volume atomique ou moléculaire k : constante de Boltzmann | T : température absolue d : dimension des grains σ : contrainte appliquée |
|------|---|--|

En considérant que le mécanisme est limité par la diffusion à travers le liquide du fait du gradient de potentiel chimique du solide dissout, Ashby et Durney arrivent à l'expression:

$$\dot{\epsilon} : (\alpha.C_l.D_l.e)/(k.T.d^3)\sigma$$

avec C_l : solubilité du solide dans le liquide
 D_l : coefficient de diffusion
 α : constante
 e : épaisseur du film fluide entre grains

Selon Spiers & al. (1990) l'examen de tous les modèles décrivant le fluage par dissolution-cristallisation montre que le taux absolu de fluage par ce mécanisme est déterminé par le coefficient Z^* qui définit la diffusion effective dans les joints de grains:

$$Z^* = D_0.C_0.S.exp(-\delta H/(R.T))$$

avec D_0 : valeur de référence de D (coefficient de diffusion)
 C_0 : valeur de référence de C (coefficient de solubilité)
 S : épaisseur moyenne des joints de grains
 δh : énergie d'activation pour la diffusion dans les joints de grains
 R : constante des gaz parfaits
 T : température absolue

Des essais de compaction réalisés sur des échantillons de sel granulaire saturé en saumure ont permis de déterminer les valeurs des coefficients de diffusion et de solubilité ainsi que de l'énergie d'activation. Leur insertion dans le modèle de fluage du sel dense conduit à la formulation de la loi suivante:

$$\dot{\epsilon} = (13.95 \pm 7.00).V_m.10^{-15}.exp(-24530/(RT))\sigma/(T.d^3)$$

avec V_m : volume molaire de la phase solide
 σ : contrainte appliquée
 d : dimension des grains

L'incorporation de cette loi dans le diagramme de déformation du sel qui montre la prédominance d'un mécanisme de déformation ou d'un autre selon les conditions de contrainte, de température et de vitesse de déformation appliquées, a permis à Spiers de conclure que, dans la nature, la déformation du sel a lieu le plus souvent dans la transition entre le fluage de dislocation et le fluage par dissolution-cristallisation.

3.4. Mécanisme de recristallisation dynamique.

Ce mécanisme implique la recristallisation à l'état solide des grains de la roche sous des contraintes thermiques et mécaniques. Ce concept connu depuis longtemps en métallurgie et en céramique a été généralisé par la suite aux roches. Il se manifeste par des changements texturaux liés à la disparition d'anciens grains et à la création de nouveaux grains lors de la déformation plastique.

Cette recristallisation est un processus de déformation à l'échelle des temps géologiques car son développement nécessite de longues durées du fait des conditions de pression et de température régnant dans le milieu naturel. Cependant Urai en 1986, lors des essais triaxiaux réalisés sur le sel de la mine d'Asse en présence de saumures, a mis en évidence ce mécanisme. Selon Urai, ce phénomène n'a pas pu être observé avant parce que d'une part les vitesses de déformation obtenues au laboratoire sont trop rapides et d'autre part les saumures qui existent normalement dans les joints de grains réussissent à s'échapper avant ou pendant l'essai.

Guillope et Poirier (1979) ont mis en évidence qu'il existe deux types de développement de ce mécanisme correspondant à des domaines différents de contrainte et de température:

- la recristallisation par rotation des sous-grains où l'apparition de nouveaux grains se fait par réorientation progressive des sous-grains et par accentuation de la polygonisation; elle se produit à température supérieure à 200°C en laboratoire;

- la recristallisation par migration des limites de grains qui se produit à très haute température (supérieure à 500°C) et qui s'explique par une très grande mobilité des joints de grains dans ces conditions.

La plupart des auteurs s'accordent à penser que seule la recristallisation par rotation doit se produire dans les conditions naturelles.

4. Analyse texturale de la déformation.

Les inclusions fluides ne sont qu'un des éléments de texture susceptibles de jouer un rôle important dans le fluage du sel gemme. On peut citer parmi les autres paramètres qui décrivent la texture d'un lithofaciès:

- la taille et l'orientation des grains de halite dans le champ de contraintes;
- l'épaisseur, le contenu et l'orientation des joints de grains;
- la nature et la répartition des minéraux non halitiques dans le sel gemme.

Ces paramètres agissent de manière interdépendante. Par exemple le comportement des inclusions fluides (déformation, migration, etc.) va dépendre en partie de l'orientation du grain de halite qui les contient.

Etudier l'influence de ces paramètres sur la déformation du sel gemme revient à déterminer la manière dont ils évoluent pendant la déformation. C'est l'objet de l'analyse texturale entreprise dans ce travail.

4.1. Méthodes classiques de caractérisation des paramètres texturaux.

Ce sont en général des méthodes quantitatives basées sur la caractérisation de la forme et l'agencement des particules. Parmi ces méthodes :

- l'utilisation des chartes visuelles qui permettent d'apprécier l'aplatissement, la sphéricité et l'arrondi des particules;
- les méthodes de développement en série;
- les méthodes stéréologiques qui permettent l'étude des structures tridimensionnelles à partir de l'examen de leur projection et/ou de leurs sections bidimensionnelles.

4.2. Méthodes utilisés au CGI

A partir de 1988 le CGI a développé des méthodes d'analyse texturale bien adaptées à l'étude du fluage du sel grâce au développement et à la mise en oeuvre de systèmes expérimentaux permettant le suivi en continu de l'évolution texturale d'un échantillon soumis à des sollicitations mécaniques et thermiques (Chemin, 1990; Le Cleac'h, 1991; Van Hasselt, 1991, etc.). Parallèlement des outils de traitement par analyse d'image ont été également développés.

4.2.1. Mesure de paramètres physiques.

Ces méthodes sont basées sur l'utilisation d'une cellule triaxiale qui permet de mesurer, au cours d'un essai thermomécanique, des paramètres physiques notamment perméabilité au

gaz et vitesse de propagation des ultrasons dont l'évolution renseigne sur les mécanismes de déformation.

4.2.1.1. Perméabilité au gaz.

La cellule triaxiale est équipée d'un appareillage spécifique adapté à la mesure des faibles perméabilités. L'essai de mesure de la perméabilité au gaz est basé sur la méthode dite du "pulse decay" qui consiste à analyser la dissipation dans l'échantillon d'un incrément de pression d'un gaz introduit en amont.

Le Guen (1992) qui a mis au point cette méthode et l'a appliquée sur le sel de Bresse, a montré que l'évolution de la perméabilité au gaz est un bon indicateur de l'évolution texturale de l'échantillon soumis à des sollicitations thermique et mécanique.

4.2.1.2. Propagation des ultrasons.

La cellule est équipée de transducteurs piezoélectriques permettant l'émission et la réception d'impulsions ultrasonores ainsi que l'enregistrement et la visualisation en continu des paramètres liés à la propagation de ces ondes dans l'échantillon pendant le fluage thermomécanique de celui-ci.

Les essais effectués sur des échantillons de sel de Bresse ont permis d'établir des relations entre la variation de ces paramètres et l'évolution texturale de l'échantillon durant son fluage sous sollicitations mécanique et thermique (Guillaume, 1993). Ainsi il a été constaté que certains mécanismes de déformation comme la cicatrization et la fissuration ont un impact direct sur la vitesse, l'atténuation ou l'amplitude des ondes ultrasonores transmises dans l'échantillon.

4.2.2. Microcellule CGI.

Une microcellule de fluage conçue au CGI permet le suivi visuel de la déformation d'une lame de sel de 0,5 cm d'épaisseur, 5 cm de longueur et 4 cm de largeur freinée entre deux verres et soumise à un effort de compression s'exerçant sur les faces les plus petites et ce à température imposée.

Par l'observation à l'oeil nu et au microscope des changements texturaux de l'échantillon au cours de sa déformation, il est possible d'appréhender et d'identifier les micromécanismes actifs dans le fluage du sel gemme en fonction de la température et de la contrainte appliquée (Van Hasselt, 1991).

Par ailleurs la microcellule a été améliorée afin qu'un gradient thermique puisse être imposé à l'échantillon ce qui a permis d'étudier la thermomigration des inclusions fluides (Chemin, 1990).

4.2.3. Analyse automatique d'images.

Cette méthode consiste à extraire de manière quantitative différentes informations contenues dans l'image à analyser en se basant sur des concepts propres à la morphologie mathématique. Elle permet non seulement de caractériser les formes et la répartition des éléments texturaux d'une roche mais également de décrire et de simuler leur évolution lors de la déformation.

Moutalib (1992) a mis au point plusieurs outils basés sur cette technique, ce qui a abouti à plusieurs applications intéressantes sur le sel de Bresse. On peut citer notamment:

-l'établissement d'une carte de déformation de l'échantillon qui met en évidence les différences de comportement des différentes phases minérales et l'apparition des fissures

dans les phases les moins ductiles ou au contact entre plages de natures différentes (accommodation difficile entre les déformations);

-l'obtention d'une carte de changement d'orientation cristallographique de la halite qui montre que le fluage à l'intérieur des cristaux de halite s'accompagne d'une probable rotation de sous-grains.

5. Résumé des principaux résultats des travaux expérimentaux antérieurs sur les roches salifères du Bassin Bressan et sur le sel de la mine d'Asse.

5.1. Le sel du Bassin Bressan.

5.1.1. Le site: cadre géologique et stratigraphique.

Le Bassin Bressan est un fossé à remplissage essentiellement détritique et évaporitique situé au Centre-Est de la France. Il est limité par le Massif Central à l'ouest et par le Jura à l'est (fig. 4). Son origine géodynamique est liée aux contre-coups de la collision des plaques africaines et européennes (orogénèse alpine).

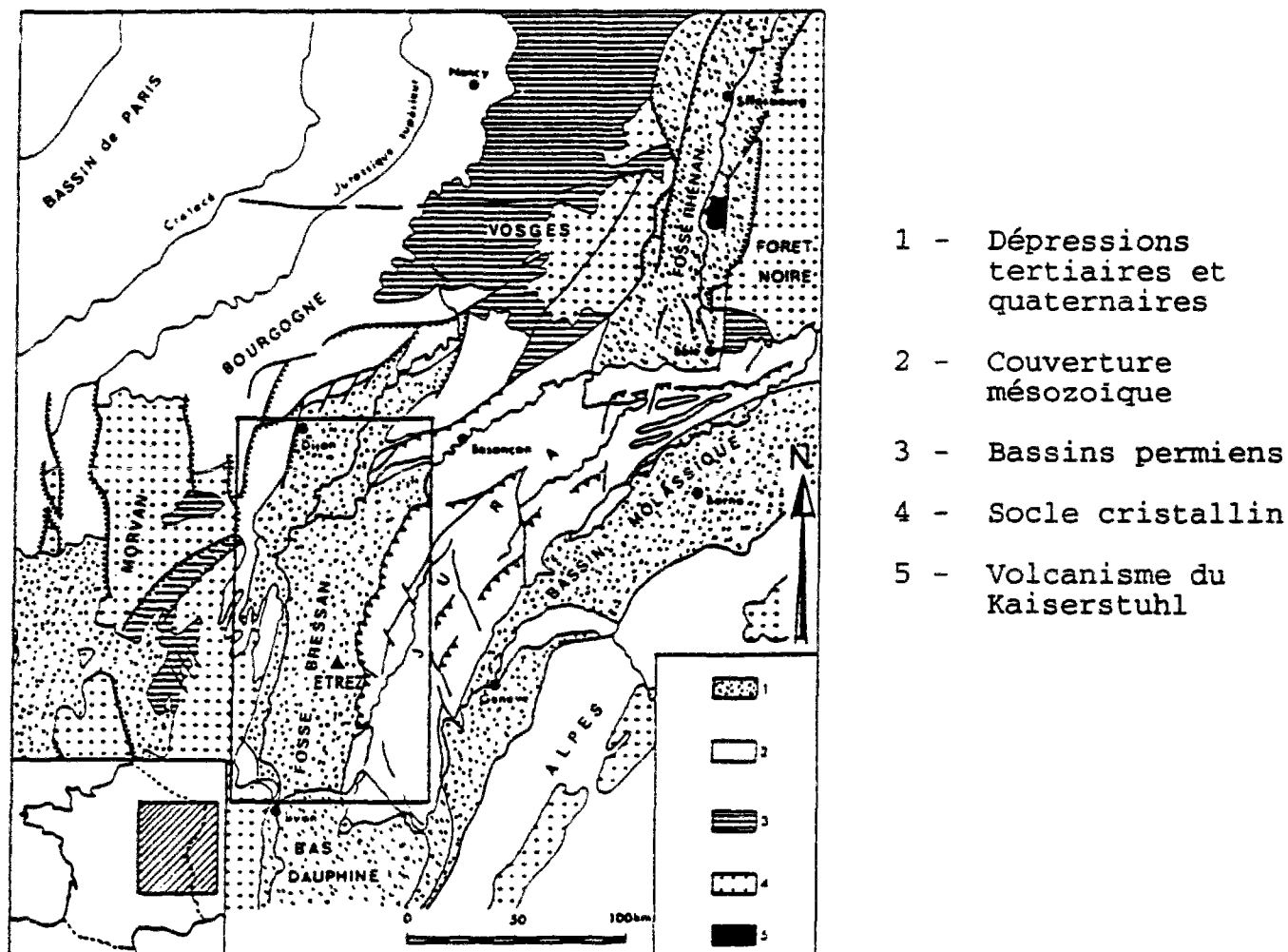


Figure 4 : Carte structurale de l'Est de la France (d'après Curial, 1987)

Ce bassin est une dépression Nord-Sud comblée par des sédiments d'âge coénozoïque et correspond d'un point de vue tectonique à un fossé d'effondrement apparu à l'Eocène supérieur qui fait partie du rift intracontinental ouest-européen.

Lors de sa déformation, deux phases d'activité tectonique sont reconnues:

- une compression NS à l'Eocène supérieur qui a engendré des décrochements crustaux et a favorisé l'ouverture de protobassins;

- une distension EW à l'Oligocène qui a provoqué un rejeu des fractures crustales anciennes et a conduit à l'unification du bassin.

Le bassin de Bresse est découpé en trois sous-bassins: Bresse Chalonnaise, Bresse Louhannaise et Bresse Méridionale qui sont limités par des seuils. Les formations salifères sont essentiellement localisées en Bresse méridionale où ces formations atteignent une épaisseur de 1400 m dans la région d'Etretz (fig. 5).

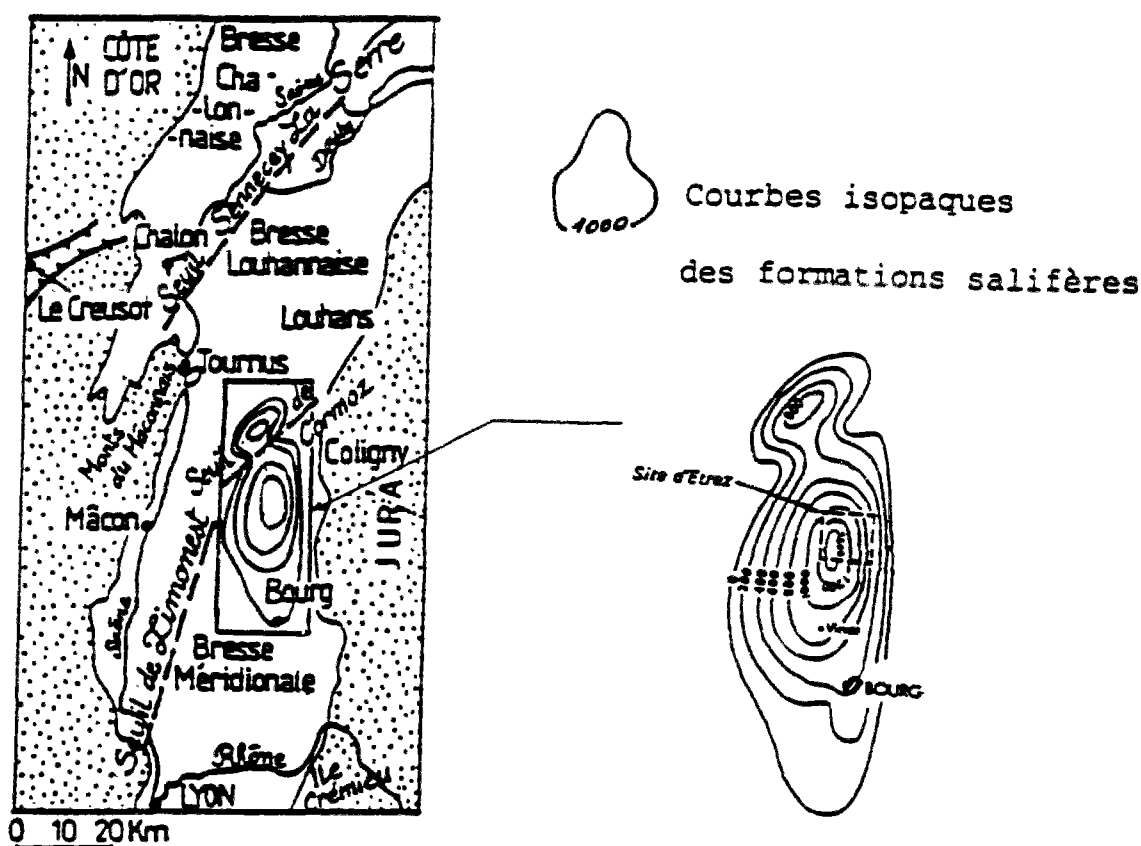


Figure 5 : Carte structurale schématique du Bassin Bressan et position des formations salifères (d'après Bergerat et al, 1989)

Dans le champ d'Etretz la série salifère est divisée en six ensembles notés E1 à E6 corrélés à l'échelle du site par l'intermédiaire d'horizons argileux ou carbonatés servant de repères dans les carottes ainsi que par diagrapie et sismique (Curial, 1986).

La formation salifère est constituée de la succession suivante, de bas en haut:

- E6 : niveau préévaporitique;
- E5 : série salifère inférieure;
- E4 : série stérile intermédiaire;
- E1-E2-E3 : série salifère supérieure.

Ces ensembles se présentent sous forme d'alternances de niveaux halitiques à texture variée et de niveaux non halitiques constitués par un mélange carbonato-argilo-sulfaté (fig. 6).

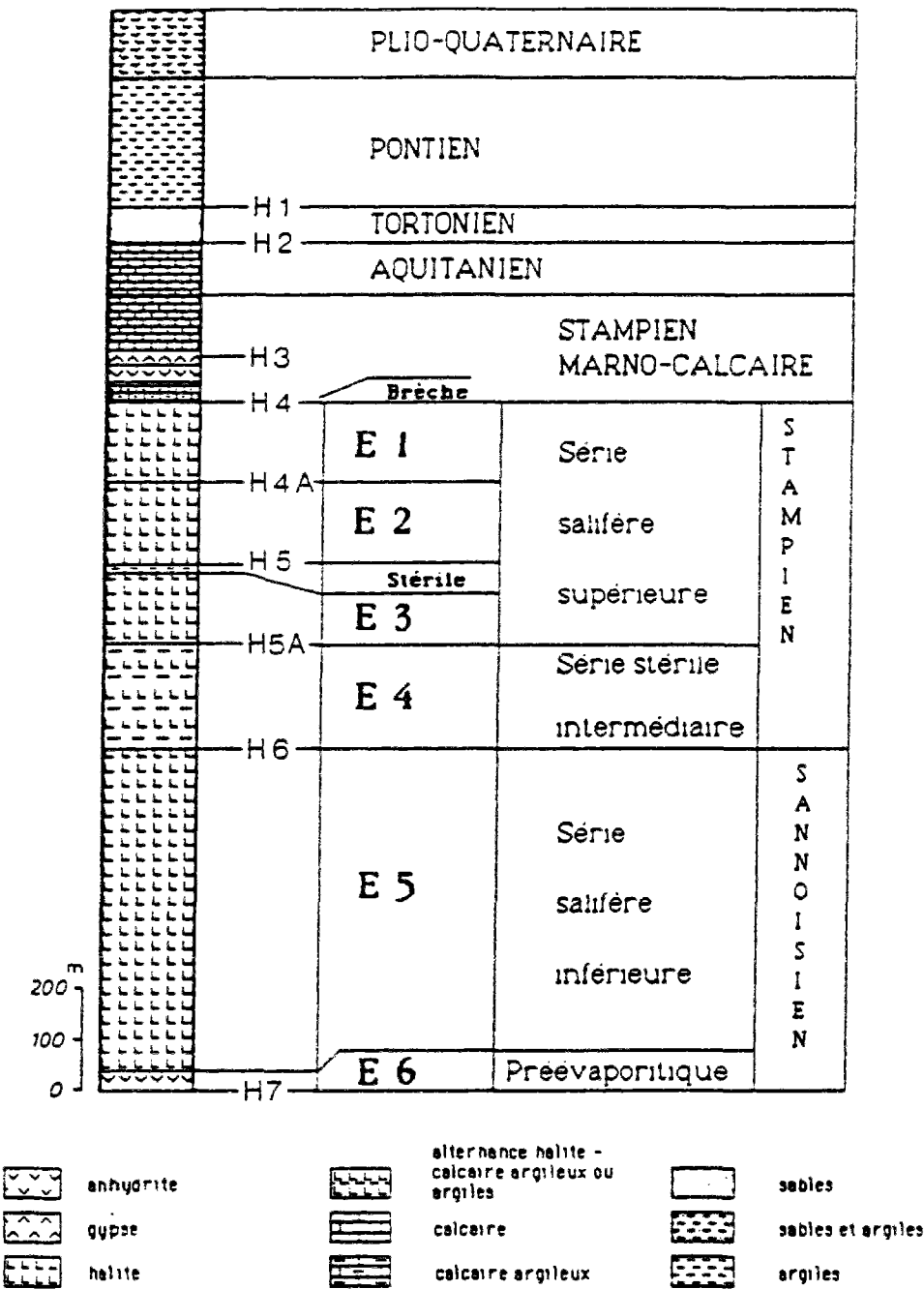


Figure 6 : Log stratigraphique synthétique de la série salifère du Bassin Bressan dans le région d'Etrez (d'après Curial, 1987).

E6 : série constituée d'argiles et d'anhydrite, rarement atteinte par les sondages.

E5 : série composée à 75 % de halite en cristaux limpides englobés dans une matrice beige verdâtre à la base devenant plus argileuse et brunâtre vers le sommet. La série contient quelques passées d'insolubles de faible puissance et des niveaux de

sel laiteux essentiellement dans la partie sommitale. La stratification initiale des niveaux argilo-carbonatés est souvent perturbée par la cristallisation de la halite.

E4 : série stérile intermédiaire contenant cependant 60% de halite et est constituée d'alternance de niveaux sel laiteux d'ordre décimétrique et de niveaux non halitiques à dominante argilo-carbonatée et riches en matière organique.

E3 : série contenant environ 75% de halite. Elle présente une alternance de sel à halite laiteuse et de niveaux non halitiques beige de puissance métrique avec une dominante carbonato-sulfatée.

E2 : série contenant environ 90% de halite et est constituée essentiellement d'un sel à halite limpide phénoblastique dans une matrice verdâtre carbonato-argilo-sulfatée.

E1 : dernière série contenant 75% de halite. Elle est constituée d'un sel à halite limpide dans une matrice argilo-carbonatée verdâtre à grise.

5.1.2. Les lithofaciès: caractéristiques pétrographiques, pétrophysiques et texturales.

Les études réalisées sur la formation salifère de Bresse (Moretto, 1986; Chemin, 1990) montrent l'existence d'une dizaine de lithofaciès. Certains sont à dominante halitique tandis que d'autres sont constitués d'un mélange de carbonates et de silicates ($\text{NaCl} > 50\%$).

Les deux principaux faciès à dominante halitique sont:

-le sel phénoblastique, constitué de cristaux de halite limpide dans une matrice carbonato-argilo-sulfatée;

-le sel laiteux constitué de halite pure et riche en inclusions de saumures piégées dans les joints de grains et au sein des cristaux de halite.

En plus de ces deux faciès il faut citer des faciès intermédiaires. Ce sont:

-le sel mixte laiteux/limpide;

-le sel mixte laiteux/phénoblastique.

Les différences entre ces faciès sont dues à la variabilité des conditions de dépôt et de diagenèse dans le bassin. La description synthétique des caractéristiques pétrographiques, pétrophysiques et texturales donnée ici, est établie sur la base des études antérieures réalisées sur ce sujet (Moretto, 1986; Chemin, 1990; Van Hasselt, 1991).

5.1.2.1. Le sel phénoblastique.

C'est le faciès prédominant de la série salifère. Il se présente en bancs pluridécimétriques à métriques. La roche est principalement constituée de cristaux limpides de halite appelés phénoblastes. Ces cristaux, d'ordre centimétrique à pluricentimétrique, automorphes à subautomorphes, sont englobés dans une matrice carbonato-sulfatée ou carbonato-argileuse dont l'espace poral original peut être plus ou moins imprégné de halite. Les plages de matrice semblent présenter entre elles une certaine connectivité. Cette matrice contient souvent des nodules d'anhydrite blancs bleutés très peu poreux et de taille millimétrique à centimétrique. Leur teneur volumique dans la roche est inférieure à 15%.

La teneur volumique moyenne en halite est en moyenne de 60 à 70% et peut atteindre 90% en cas de matrice imprégnée de halite. La porosité moyenne de ce faciès est inférieure à 1,5%.

L'existence dans le sel phénoblastique de ces trois phases (halite, matrice carbonato-sulfatée et nodules d'anhydrite) confère à ce faciès une texture très complexe.

5.1.2.2. Le sel laiteux.

Le sel laiteux vient par ordre d'importance en second après le sel phénoblastique dans la série salifère bressane. C'est un sel pur contenant 99% de halite très riche en inclusions fluides qui lui donne un aspect blanc-laiteux caractéristique. Il se présente en niveaux pluricentimétriques de 5 à 10 cm d'épaisseur qui correspondent à des séquences élémentaires de sédimentation superposées sur plusieurs décimètres voire plusieurs mètres.

Les grains de halite, de forme xénomorphe à subautomorphe et de taille millimétrique à centimétrique, sont riches en inclusions fluides de forme cubiques et de dimension moyenne variable de 1 μm à plus de 100 μm . Ces inclusions sont concentrées au coeur des grains et sont disposées en "trémies" ou en "chevrons" selon le mode de dépôt et de croissance (Roedder, 1984; Moretto, 1987). A la bordure des grains, les inclusions sont rares, isolées, de forme irrégulière et de grande taille en moyenne supérieure à 100 μm . La croissance des cristaux de halite dans ce type de sel se fait selon une orientation cristalline préférentielle d'où son anisotropie.

La teneur volumique moyenne en saumures intracristallines est généralement inférieure à 0,5%. La porosité du sel laiteux est essentiellement due aux ouvertures aux joints de grains et elle est estimée à 0,3% en moyenne.

5.1.2.3. Le sel mixte laiteux/limpide.

Relativement rare dans la série salifère de Bresse, ce type de sel se présente en passées pluricentimétriques à métriques et trouve son origine dans la dissolution partielle précoce de séquences de sel laiteux suivie d'une cimentation par des cristaux limpides de halite. La dissolution se fait généralement en "doigts de gants" perpendiculairement à la stratification. Ceci crée une hétérogénéité et une anisotropie supplémentaires. Les cristaux de halite limpide sont d'ordre centimétrique et sont pauvres en inclusions fluides.

Dans ce sel la proportion de halite limpide est plus de 80% tandis que celle de la halite laiteuse est de 20%. La teneur en saumures est en moyenne de 0,3% et la porosité accessible est de 0,4%.

5.1.2.4. Le sel mixte Laiteux/phénoblastique.

Egalement rare, ce faciès est rencontré dans la zone de transition entre les séquences de sel laiteux et les bancs de sel phénoblastiques. Les phénoblastes y sont généralement de taille réduite en moyenne inférieure à 1 cm. Ce sel ne contient que rarement des nodules d'anhydrite. La phase laiteuse, de granulométrie plus fine que dans le faciès laiteux, représente 25 à 70% du volume total avec une moyenne de 50%.

La porosité accessible relativement forte, entre 0,4 et 0,65%, est due à la présence de la matrice microporeuse et à une grande surface des joints de grains.

5.1.3. Principaux résultats des travaux déjà réalisés au CGI sur les roches salifères du Bassin Bressan.

L'étude des caractéristiques pétrographiques, pétrophysiques et texturales des différents lithofaciès de la série salifère du Bassin Bressan fait ressortir deux particularités de cette série:

- la complexité texturale de ses différents lithofaciès et la richesse en phases non halitiques;

-l'importance des inclusions fluides.

Afin de connaître l'influence de ces deux paramètres sur la déformation du sel, les études ont été conduites au CGI dans deux directions:

-l'étude du rôle de la texture des principaux lithofaciès sur leur fluage. Ceci a été effectué notamment par suivi visuel de l'évolution des différents éléments texturaux (joints de grains, inclusions fluides, etc.) lors des essais de fluage en microcellule (Van Hasselt, 1991);

-l'étude du rôle des inclusions fluides dans le fluage de lames épaisses en microcellule. Pour cette étude le dispositif expérimental a été spécialement modifié pour que l'on puisse imposer à l'échantillon un gradient thermique. Ceci permet l'observation de la thermomigration des inclusions fluides dans des conditions réalistes de gradient thermique (Chemin, 1990).

Une synthèse des résultats de ces études va suivre.

5.1.3.1. Rôle de la texture dans le fluage.

Il a été constaté dans les études antérieures (notamment Van Hasselt, 1991 et Pouya, 1991) que la déformation d'un échantillon de roche halitique est fortement conditionnée par sa texture. Dans un échantillon donné le développement d'un micromécanisme de déformation particulier plutôt que celui d'un autre peut s'expliquer par l'expression plus forte de certains éléments texturaux (inclusions fluides et solides, joints de grains, taille et orientation des grains de halite, etc.) au détriment des autres. A une autre échelle on constate également que le fluage d'un grain de halite ne dépend pas uniquement de ses caractéristiques mécaniques propres mais aussi du contexte textural dans lequel il se trouve.

D'une manière générale la seule présence des divers types d'éléments texturaux entraîne des modifications locales du champ de contraintes. D'autre part les joints de grains et les inclusions fluides peuvent agir comme puits ou sources de dislocations ce qui facilite l'activation des mécanismes de migration des dislocations et augmente la ductilité du matériau. On constate en effet que la halite riche en inclusions fluides est nettement plus ductile que la halite limpide qui en est quasiment dépourvue.

Par ailleurs la disposition anisotrope des cristaux de halite à structure en chevrons dans la plupart des échantillons de sel laiteux confère à ce lithofaciès un comportement fortement anisotrope.

Dans les lithofaciès de sel phénoblastique et de sel mixte laiteux/phénoblastique les phases non halitiques: matrice carbonato-argilo-sulfatée et nodules d'anhydrite ont un comportement plus ou moins rigide mais contrastant avec le comportement ductile des cristaux de halite. Chaque passage d'une phase minérale à une autre constitue une discontinuité mécanique. La distribution de ces discontinuités dans l'ensemble du matériau explique l'hétérogénéité de la déformation observée. On a ainsi mesuré des déformations locales dix fois plus grandes que la déformation moyenne de l'échantillon. Les matériaux non halitiques ont un comportement moins ductile que la halite et ont ainsi tendance à se fissurer. Les fissures qui apparaissent lors des essais sont le plus souvent localisées dans la matrice, aux contacts de celle-ci avec les nodules d'anhydrite et plus rarement à l'intérieur de ces nodules. L'extension de la fissuration est limitée par les dimensions propres des plages non halitiques et on constate que ces fissures n'affectent que très rarement les grains de halite qui continuent à se déformer de façon plastique.

5.1.3.2. Rôle des inclusions fluides dans le fluage.

Des essais de fluage avec ou sans gradient thermique ont été conduits en microcellule sur des échantillons de sel laiteux et de sel phénoblastique.

L'observation du comportement des inclusions fluides durant ces essais a permis d'apporter des conclusions intéressantes sur le rôle des inclusions dans le fluage du sel gemme.

La présence de très nombreuses inclusions fluides à l'intérieur d'un cristal de halite augmente sa ductilité. Dans un même cristal les zones laiteuses (septas) se déforment plus rapidement que les zones limpides et dans un même échantillon la déformation est plus forte dans les cristaux laiteux que dans les cristaux limpides. L'hypothèse a été émise que les inclusions fluides augmentent la mobilité des dislocations et donc accroissent la ductilité du sel gemme.

En présence d'un gradient thermique les inclusions migrent vers la source de la chaleur. Dans le sel laiteux la vitesse de migration d'une inclusion est proportionnelle au carré de son diamètre moyen et la direction de déplacement de la quasi-totalité des inclusions est parallèle ou subparallèle au gradient thermique. Ceci n'est pas le cas pour le sel phénoblastique où les directions de migration montrent une grande dispersion en raison de l'hétérogénéité minéralogique et mécanique qui fait apparaître dans ce type de sel des variations locales très importantes du gradient thermique.

Au cours de leur migration, les inclusions peuvent traverser les joints de sous-grains, certains clivages et même des joints de grains entre cristaux de halite. Elles peuvent également déverser tout ou partie de leur contenu dans des vides tels que des ouvertures dans des joints de grains ou encore l'espace poral d'une plage de matrice microporeuse. Ces dernières observations amènent à émettre l'hypothèse qu'il existe des possibilités de transfert à grande échelle de saumures dans le massif salifère. Le processus à l'origine de ce transfert de saumures résulterait du couplage entre les deux mécanismes suivants:

- la thermomigration des inclusions fluides dans les cristaux de halite;
- la circulation des saumures dans l'espace poral du sel gemme constitué d'une part par les ouvertures connexes aux joints de grains et d'autre part par la porosité de la phase non halitique.

5.2. Le sel de la mine d'Asse.

5.2.1. Le site et le lithofaciès.

Les échantillons dont nous avons pu disposer sont semblables à ceux étudiés par Uraï (1986) et Schulze (1991). Comme ces derniers ils proviennent du niveau salifère qui se trouve à 800 m de profondeur dans la mine d'Asse. D'un point de vue stratigraphique ce niveau fait partie du deuxième cycle salin du Zechstein (Permien supérieur).

Ces échantillons appartiennent à un lithofaciès halitique très pur (à plus de 99% de halite) de teinte blanchâtre. La granulométrie est fine à moyenne. Le diamètre moyen des cristaux de halite est compris entre 3mm et 5mm. On observe la présence d'inclusions solides de polyhalite et d'anhydrite. Les inclusions fluides intracristallines sont quant à elles quasiment inexistantes ce qui est bien corrélé avec la faible teneur moyenne en saumures de l'ordre de 0.05% en poids. L'observation révèle également que plus de la moitié des saumures est localisée dans les joints de grains (Uraï 1986). La texture du matériau est caractéristique des sels de dôme. Elle résulte de la recristallisation d'un sel primaire lors d'une halocynèse. La perméabilité de ce sel à l'argon est d'environ 3.10^{-19} m^2 .

Le sel de la mine d'Asse a fait l'objet de nombreuses études expérimentales visant à mieux connaître son comportement mécanique. Cependant les études de l'influence des saumures sur le fluage de ce type de sel sont rares, notons celles de Uraï (1986) et de Schulze (1991).

5.2.2. Influence des saumures sur le fluage du sel de la mine d'Asse.

Selon Uraï, les anciens modèles de comportement de sel ne sont pas pleinement satisfaisants car ils se basent sur des résultats d'essais de fluage réalisés sur des échantillons "secs" ayant perdu leurs saumures pendant les opérations de carottage ou de façonnage des échantillons ainsi que du fait des conditions d'essai. De ce fait, ignorant le rôle des fluides dans le comportement du sel gemme, ces modèles ne sont pas à même de prévoir le comportement du sel gemme dans des conditions réelles.

Parti de cette constatation, Uraï a réalisé des essais de fluage sur plusieurs échantillons de sel de la mine d'Asse avec et sans ajout de saumures.

En absence de saumures, les échantillons se déforment comme prévu selon les mécanismes bien connus de fluage par dislocation et de glissement plan sur plan. En revanche, dans les échantillons testés en présence de saumures, on constate le développement d'un mécanisme de recristallisation dynamique. Les saumures se transforment en des films subcontinus qui augmentent la mobilité des joints et peuvent ainsi entraîner leur migration. Ceci conduit progressivement à la recristallisation de l'échantillon en un agrégat de plus fine granulométrie dont les cristaux de halite possèdent une plus faible densité de dislocations. Il en résulte que le mécanisme de déformation dominant n'est plus celui du fluage de dislocation mais celui du fluage par transfert en solution qui est d'autant plus prononcé que la vitesse de déformation est faible.

6. Conclusion: problématique de l'étude.

L'objet de cette étude est de mieux connaître les différents mécanismes qui régissent le fluage du sel gemme sous l'influence de l'humidité.

En plus d'une utilité pratique potentielle dans l'aide à la prévision du comportement mécanique de masses salifères exposées à l'humidité de l'atmosphère ambiante comme ce peut être le cas, par exemple, dans les mines ou dans les cavités et galeries de stockage souterrain, cette étude se veut être aussi une contribution plus générale à une meilleure connaissance de l'influence des fluides (essentiellement air humide et saumures) sur le fluage du sel gemme.

Les mécanismes de déformation du sel en présence d'humidité ne sont, en effet, pas encore bien connus pour des raisons qu'il est bon de rappeler:

- les études expérimentales antérieures ont le plus souvent été réalisées sur des échantillons de sel ayant déjà perdu tout ou partie de leur contenu en saumures;

- les auteurs qui ont récemment étudié l'influence des saumures ont procédé par une injection d'une saumure saturée dans l'échantillon ce qui n'est pas réaliste;

- les rares études expérimentales de l'influence de l'humidité sur le sel gemme ont essentiellement consisté en des essais de fluage sans aucune étude de texture et ils ne donnent guère d'informations sur les micromécanismes mis en jeu.

Suite à ces constatations et compte tenu de l'étude bibliographique qui vient d'être présentée ci-dessus un des objectifs fixés à cette étude est de ne pas se contenter de mesurer la déformation de l'échantillon suite à une variation d'humidité ambiante mais d'identifier les mécanismes qui sont à l'origine de cette déformation. Pour cela l'approche utilisée est l'analyse texturale. Elle nécessite un suivi de manière quasi continu de l'évolution des principaux paramètres texturaux d'un échantillon soumis à une sollicitation hygro-thermo-mécanique complexe au cours d'un essai de fluage en microcellule.

Afin de mieux comprendre la réponse d'une roche salifère à une variation d'humidité en fonction de ses caractéristiques texturales, l'étude a porté sur trois types de sel gemme dont les microstructures et les textures sont différentes. Ce sont:

- le sel laiteux du Bassin Bressan;
- le sel phénoblastique du Bassin Bressan;
- le sel de dôme de la mine d'Asse (Allemagne).

DEUXIEME PARTIE: TRAVAUX ET RESULTATS EXPERIMENTAUX

Chapitre 2

Méthodologie de l'étude expérimentale

1. Principe de l'étude expérimentale.

L'étude expérimentale effectuée s'appuie sur l'utilisation de la microcellule spécialement développée au Centre de Géologie de l'Ingénieur pour étudier les micromécanismes de déformation des roches salifères ("microcellule CGI"). Celle-ci permet le suivi visuel d'une lame épaisse parallélépipédique de matériau durant sa déformation sous différentes conditions de pression, température et humidité. Elle facilite ainsi la compréhension des mécanismes qui régissent cette déformation.

Bien que la microcellule ait été conçue au départ pour mener des études essentiellement qualitatives, au cours de ce travail l'accent est mis également sur le côté quantitatif qui a nécessité :

- l'adjonction à la microcellule de moyens permettant une mesure directe de la déformation;

- la multiplication des mesures de déformation sur la base des clichés photographiques.

2. Dispositif expérimental.

2.1. Introduction.

Le dispositif expérimental utilisé au cours de l'étude et dont une description succincte va suivre, est la microcellule CGI et son environnement. Pour plus de détails sur le dispositif et ses caractéristiques nous renvoyons le lecteur à la thèse de van Hasselt (1991).

Quelques améliorations ont été apportées au dispositif précité et un système complet de génération, contrôle et mesure de l'humidité a notamment été mis au point dans le cadre de la présente étude.

2.2. La microcellule CGI et son environnement.

2.2.1. La microcellule CGI.

La microcellule de fluage CGI s'inspire en partie du dispositif utilisé par Uraï (1983) pour étudier le comportement des inclusions fluides dans le sel gemme. Conçue par Le Cleac'h (1991), elle permet de suivre visuellement la déformation d'une lame de sel de 5 mm d'épaisseur, 50 mm de longueur et 40 mm de largeur frettée entre deux lames de verre et soumise à un effort de compression s'exerçant sur ses faces les plus petites (fig. 7 et 8).

D'un point de vue géométrique, un tel type de déformation plane est proche de celui que l'on peut rencontrer in-situ à proximité d'une cavité, d'un puits ou d'une galerie cylindrique de grande longueur ouverte en profondeur dans un massif salifère. Dans ce cas on peut en effet considérer que l'on se trouve face à un problème de déformation plane dans le plan perpendiculaire à l'axe de la galerie.

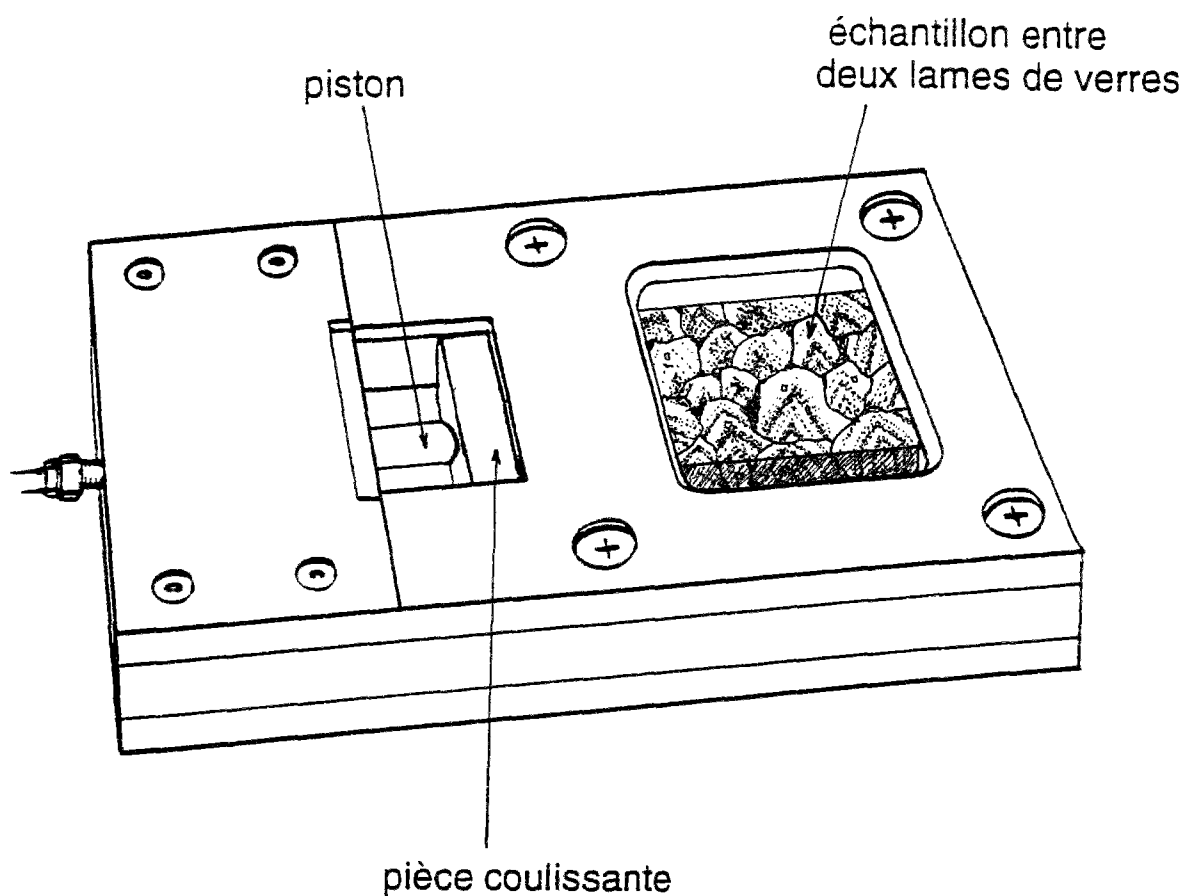


Figure 7 : Représentation schématique de la microcellule CGI.

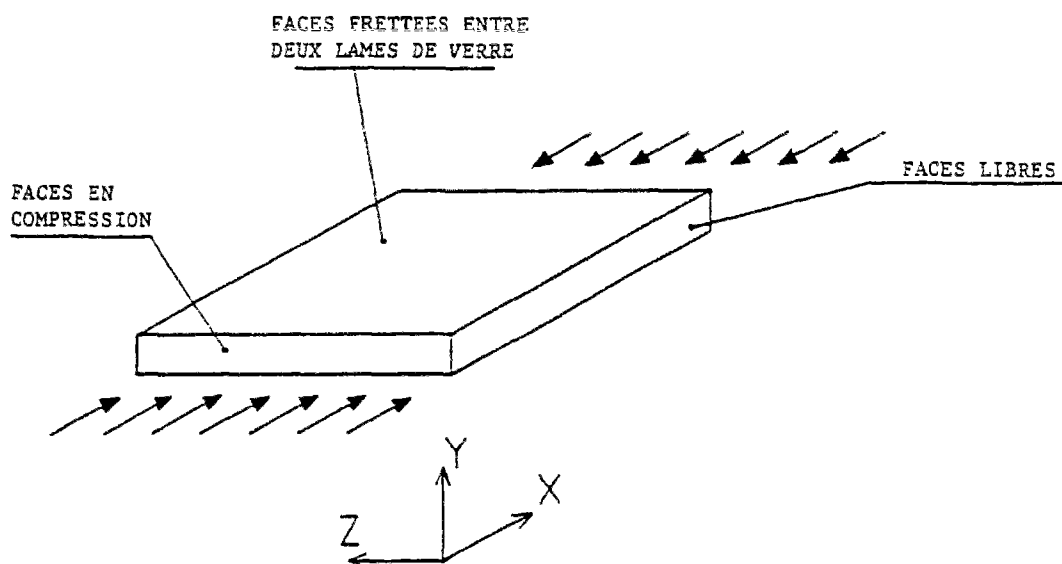


Figure 8 : Représentation schématique du principe de l'essai mécanique en microcellule CGI sur une lame épaisse de sel gemme.

En raison de l'absence d'exercice d'une pression de confinement dans la direction horizontale perpendiculaire à l'axe de contrainte, la pression axiale exercée ne peut dépasser la résistance à la rupture de l'échantillon. Dans le cas du sel de Bresse cette résistance est approximativement de l'ordre de 20 MPa d'après les études de Charpentier et Bérest (1984).

Le choix des dimensions de la lame épaisse de sel (50 x 40 x 5mm) qui conditionne aussi celui des dimensions de la microcellule a été guidé par plusieurs facteurs:

- la possibilité de préparation des lames épaisses à partir des tronçons de carotte disponibles;
- les caractéristiques texturales des différents lithofaciès et notamment la granulométrie;
- les possibilités du matériel d'observation et d'illumination.

Afin de connaître approximativement le champ de contraintes développé dans la lame de sel suite à une compression en microcellule, des études photoélastométriques ont été réalisées sur une lame de plexiglas (Van Hasselt, 1991). Il a été ainsi constaté qu'en dehors des quatre coins de la lame où il y a concentration des contraintes, dans la majeure partie de la lame et notamment au centre, les contraintes sont distribuées de manière homogène. Dans la partie centrale de la lame non seulement la contrainte moyenne est constante mais également le déviateur. Dans toute cette partie centrale de l'échantillon tout se passe comme si il s'exerçait un certain confinement.

2.2.2. Mesure de la déformation.

Afin de pouvoir suivre continûment la déformation de l'échantillon, la microcellule CGI a été équipée dans le cadre de cette étude d'un système de mesure constitué par deux réglés métalliques; l'un fixe, solidaire à la microcellule et l'autre mobile solidaire du piston. La lecture une à deux fois par jour de ce double réglé permet de mesurer le raccourcissement de l'échantillon avec une précision de 1/10mm.

2.2.3. Système générateur de pression.

Le système de génération de pression comporte, en série, une bouteille d'air comprimé, un manodétendeur, un multiplicateur de pression air-huile (Enerpac B 3006) de facteur 30:1, un manomètre de contrôle et un vérin (Enerpac MRT 10) de 1,26 cm² de section intégré à la microcellule et dont le piston s'applique sur la pièce métallique qui sert à transmettre l'effort de compression à la lame épaisse. Ce système permet d'obtenir des contraintes appliquées sur la petite face de la lame épaisse de 0 à 21 MPa.

2.2.4. Système de contrôle de température.

La microcellule est équipée d'un thermocouple qui permet la mesure en continu de la température au voisinage immédiat de l'une des deux faces libres de l'échantillon. Le système de contrôle de température comporte deux dispositifs permettant de maintenir la microcellule à une température constante comprise entre 20 et 120 °C pendant et en dehors des périodes d'observation.

En dehors des périodes d'observation, la microcellule est placée dans une étuve de référence Memmert 100 qui permet d'avoir des températures jusqu'à 220°C avec une précision de 1°C. Le joint souple de la porte de l'étuve autorise le passage du tuyau d'amenée de pression tout en garantissant une bonne herméticité.

Durant les périodes d'observation au microscope, la microcellule est retirée de l'étuve et placée rapidement dans une boîte de maintien de température en cours d'observation (fig. 9). Cette boîte réalise trois fonctions:

- l'isolation thermique efficace de la microcellule;
- la compensation des pertes calorifiques grâce à un système de chauffage intégré;
- le dégagement des deux fenêtres d'observation de la lame épaisse permettant notamment l'éclairage par transmission.

Les dimensions internes de la boîte sont légèrement supérieures à celles de la microcellule de façon à ce que celle-ci puisse y être introduite sans difficulté. Les dimensions externes sont: 25,5 x 16 x 6 cm, ce qui facilite sa manipulation.

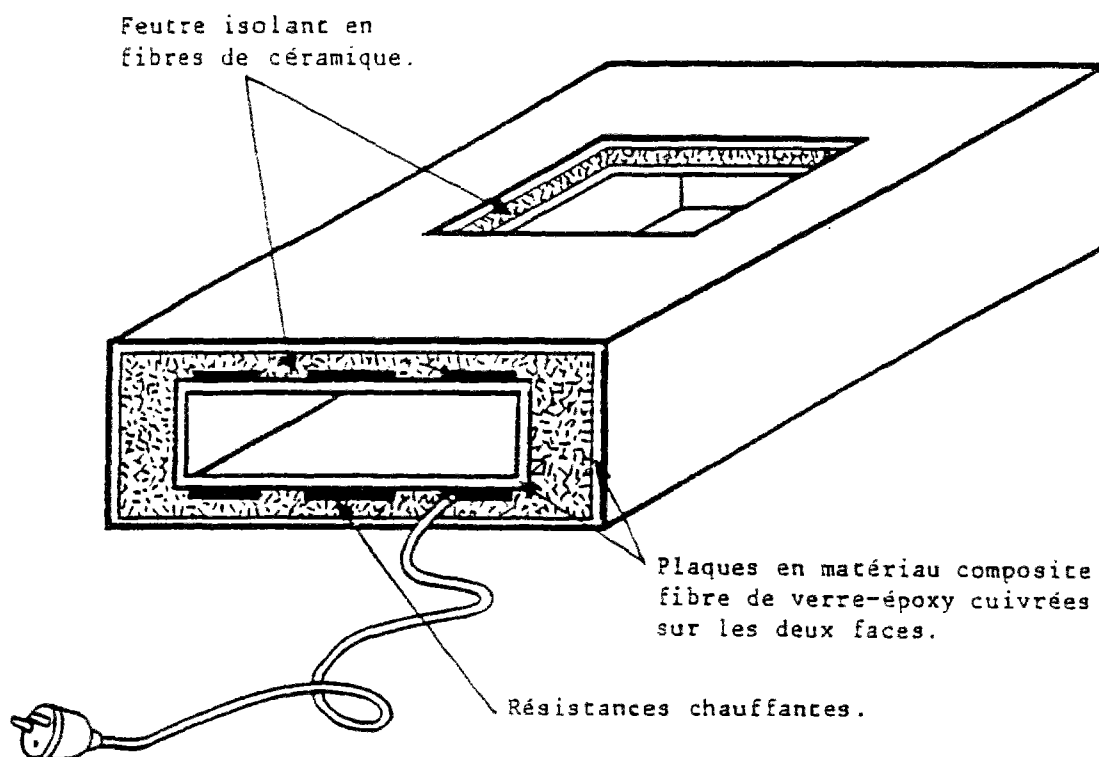


Figure 9 : Représentation schématique d'une boîte de maintien de température avec ou sans gradient.

Les parois de la boîte ont une structure en "sandwich" de plaques de laiton et de feuilles de feutre épais isolant. Des résistances chauffantes autocollantes sont collées sur les plaques de la paroi interne en contact avec le feutre isolant et assurent, grâce à un régulateur de température (M 63626 de Bioblock) relié à un thermocouple interne à la microcellule, une très bonne compensation des déperditions thermiques.

Un second type de boîte chauffante a été réalisé dans le but d'imposer dans la lame épaisse en cours d'essai un gradient de température parallèle à l'axe de compression. Les parois internes de cette boîte sont divisées en trois zones chauffantes constituées de résistances alimentées par l'intermédiaire de deux régulateurs de températures reliés à deux thermocouples placés dans la microcellule de part et d'autre de la lame épaisse. Cette boîte permet d'avoir un gradient moyen dans l'échantillon pouvant varier de 0°C/cm à 4°C/cm.

2.2.5. Le système d'observation.

Trois types de dispositifs sont utilisés pour effectuer des prises de vue de la lame épaisse durant l'essai en microcellule:

-un appareil photographique 24x36 Minolta équipé d'un objectif de prise de vue rapprochée qui permet d'avoir une vue globale de la lame dans laquelle on peut ainsi distinguer des détails de dimensions comprises entre 0,25 et 50 mm;

-une loupe binoculaire (Wild M420) équipée d'une chambre photographique (Leitz) qui permet de distinguer des détails de dimensions comprises entre 0,02 mm et 30 mm ce qui permet d'observer les grains et les joints de grains;

-un microscope pétrographique (Leitz Orthoplan) équipé d'une chambre photographique (Leitz Orthomat) et doté d'objectifs à grande distance frontale permettant d'observer de très fins détails de dimensions comprises entre 0.005 mm et 8 mm comme les joints de grains, les inclusions fluides et leurs contenus.

Un dispositif d'éclairage très complet est utilisé. Il permet d'effectuer trois types d'illumination de la lame épaisse:

- éclairage par transmission;
- éclairage par réflexion;
- éclairage combiné (transmission + réflexion).

2.3. Système de contrôle et de mesure d'humidité.

2.3.1. Système de génération de l'humidité.

En ce qui concerne le système de génération d'humidité, deux objectifs ont été fixés:

-imposer au voisinage de l'échantillon un degré d'humidité relative connu et constant que l'on peut faire varier à tout moment dans la gamme de 0 à 100% sous des températures pouvant atteindre 100°C;

-mesurer en continu le degré d'humidité relative et la température.

Après plusieurs essais nous avons opté pour l'utilisation d'une enceinte climatique construite par la société SECASI qui permet d'avoir des degrés d'humidité relative de 10% à 100% avec une précision de 3% sous des températures de 10°C à 100°C avec une précision de 1°C. La chambre de l'enceinte est de dimensions utiles de 70 x 55 x 52 cm ce qui permet d'y introduire plusieurs microcellules à la fois.

L'enceinte climatique assure simultanément la régulation de la température et de l'humidité. La température est maintenue constante par un apport de chaleur réglé par un régulateur commandé par une thermosonde à résistance de platine.

L'apport de l'humidité s'effectue par la production de vapeur d'eau à l'intérieur même de la chambre de l'enceinte. Une cuve auxiliaire équipée d'une résistance chauffante reçoit de l'eau maintenue à un niveau constant par un détecteur électronique agissant sur une électro-vanne. La résistance chauffante est alimentée par un régulateur commandé par une thermosonde à résistance de platine mouillée. L'enceinte est donc équipée de deux sondes de mesure de température selon un montage psychrométrique:

- une sonde sèche fixant la température de la chambre;
- une sonde humide fixant le degré d'humidité relative.

2.3.2. Mesure de l'humidité dans l'enceinte climatique.

Afin de vérifier que le degré d'humidité relative dans la chambre d'expériences de l'enceinte est égal à celui fixé par l'écart entre les températures sèche et humide, un thermohygromètre enregistreur est utilisé. Muni d'une sonde de pénétration de 300 mm de

longueur et 12 mm de diamètre, cet instrument permet de mesurer simultanément la température dans la gamme $[-20^{\circ}\text{C}$ à $140^{\circ}\text{C}]$ et le degré d'humidité relative dans la gamme $[0$ à $98\%]$ avec une précision de 2%. Grâce à son écran d'affichage incorporé on peut visualiser en permanence le couple température-humidité qui règne dans l'enceinte.

2.3.3. Mesure de l'humidité au voisinage de l'échantillon.

L'enceinte climatique SECASI est munie d'une turbine de ventilation qui permet de pulser l'air ambiant dans la chambre d'expérience. La non-étanchéité de la microcellule permet l'arrivée de l'air humidifié au contact de l'échantillon.

Afin de s'assurer que la valeur du degré d'humidité relative est bien égale à celle du degré d'humidité relative dans l'enceinte, une microcellule a été équipée d'un capteur Elcowa (type RH8) dont la taille réduite permet de le disposer sur la plaque intermédiaire de la microcellule au voisinage directe de l'une des deux faces libres de la lame épaisse (fig. 10).

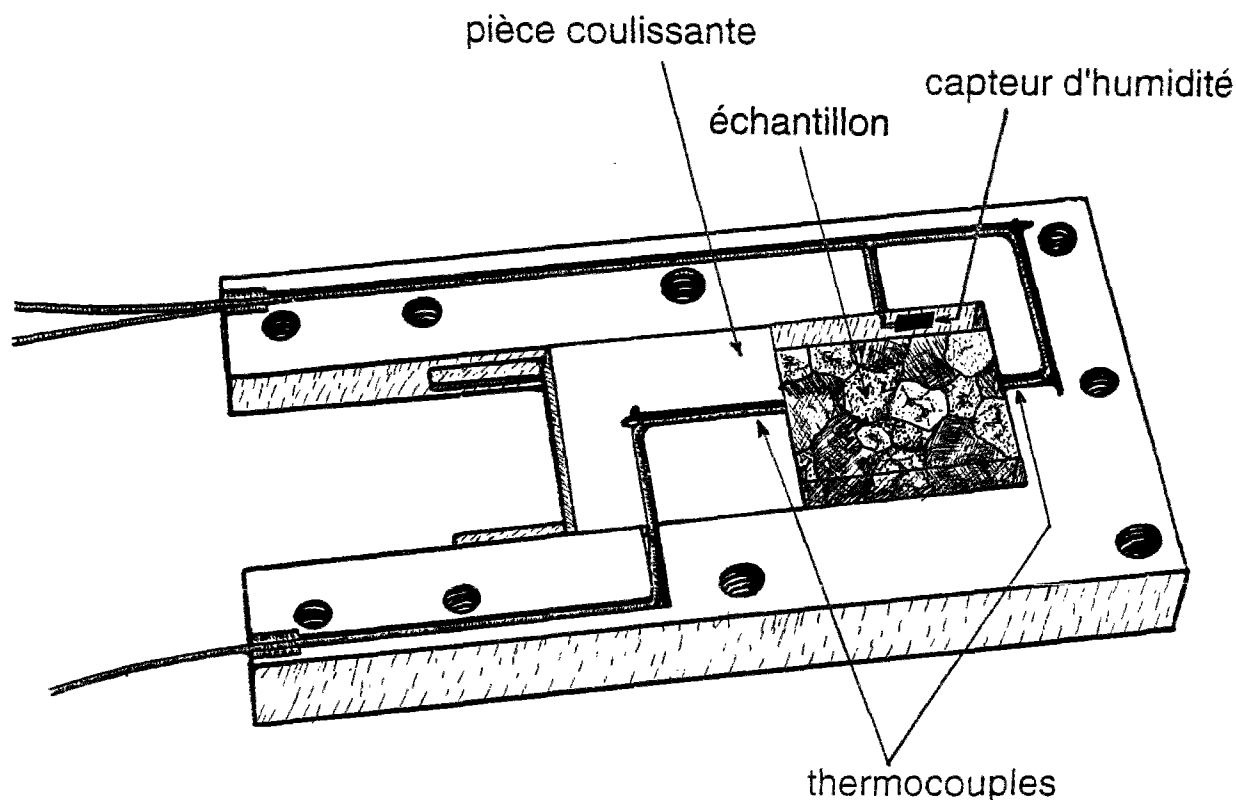


Figure 10 : Représentation schématique d'une microcellule CGI dont la partie supérieure est enlevée ce qui permet de voir les deux thermocouples pour l'imposition d'un gradient thermique et le capteur de mesure d'humidité.

Le capteur permet de mesurer des degrés d'humidité relative de 10 à 90% avec une précision de 3% sous des températures allant de -10 à 80°C . Le capteur est relié à un câble 4 conducteurs Thermocoax résistant à haute température qui assure la liaison du capteur avec le transmetteur disposé en dehors de l'enceinte. Le transmetteur est lui même relié à un enregistreur graphique qui permet l'enregistrement en continu du degré d'humidité relative au voisinage de l'échantillon.

Avant son utilisation, le capteur a été étalonné à 25°C et 80°C à l'aide de solutions de sels dont la pression de vapeur à l'équilibre est connue à ces températures. Il s'agit de solutions saturées de $\text{CaCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; NaNO_2 ; $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ou de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

3. Sélection et description des échantillons.

Les échantillons utilisés dans cette étude ont été sélectionnés en prenant en compte plusieurs critères, notamment:

- l'importance relative des différents lithofaciès dans le site de provenance;
- la variabilité texturale d'un même lithofaciès;
- la facilité d'observation microscopique propre à certains échantillons, par exemple la transparence et/ou la présence d'éléments texturaux bien visibles.

Les échantillons ainsi choisis dans le Bassin Bressan appartiennent aux faciès laitieux et phénoblastique en raison de leur prédominance dans la série salifère bressane et de la différence marquée existant entre leurs textures respectives. Des échantillons provenant de la mine d'Asse ont été également retenus. Du fait de leur texture typique d'un sel de dôme ayant subi une recristallisation totale durant l'halocynèse ils permettent une comparaison très intéressante avec les lithofaciès provenant du Bassin Bressan qui ont conservé une texture sédimentaire sans recristallisation tardive.

3.1. Echantillons de sel phénoblastique.

Les lames P1 et P2 de ce lithofaciès proviennent du tronçon 847,15 - 847,50 m du sondage EZ53 dans la zone d'Etrez. Elles sont constituées d'un sel phénoblastique à forte teneur en halite, composé de phénoblastes bien exprimés et d'une phase non halitique constituée de nodules d'anhydrite et d'une matrice carbonatosulfatée.

Chemin (1990) a mesuré pour ce type de faciès une porosité inférieure à 1,5% et une teneur en saumures de 0,5% en poids. Le Guen a effectué des mesures de perméabilité au gaz sur des échantillons de texture semblable provenant d'un tronçon du même sondage prélevé entre les cotes -849,25m et -849,50m. Les valeurs très faibles de perméabilité intrinsèque mesurées, de l'ordre de $5 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$, s'expliquent essentiellement par une forte imprégnation de la matrice par la halite. Celle-ci vient combler partiellement la microporosité qui existe à l'origine dans la matrice carbonatosulfatée qui par conséquent se présente sous la forme de plages mal individualisées à contours flous très peu poreuses. Néanmoins à certains endroits la matrice n'est que partiellement imprégnée de halite et se présente sous la forme de plages microporeuses bien individualisées. Cette différence entre les deux types de matrice est très importante et a conditionné la sélection de nos échantillons. En effet il est fort probable que sous l'action de l'humidité le comportement d'une matrice individualisée microporeuse soit très différent de celui d'une matrice totalement imprégnée de halite.

3.1.1. Description de l'échantillon P1 de sel phénoblastique.

La figure 11 montre un cliché photographique ainsi qu'une représentation schématique simplifiée de la face dessus de la lame épaisse P1 de sel phénoblastique. On distingue les trois composantes majeures du sel phénoblastique: les grains de halite ou phénoblastes, les nodules d'anhydrite et la matrice carbonatosulfatée. Les phénoblastes sont bien exprimés et de dimension très variable pouvant aller de quelques millimètres à plusieurs centimètres. Les cristaux sont subautomorphes. Certains sont quasiment limpides hormis quelques inclusions isolées qui peuvent être soit fluides remplies de saumures et/ou de gaz, soit solides constituées par un mélange de carbonates et de sulfates; d'autres cristaux sont intimement liés à des plages de matrice carbonatosulfatée qui paraissent être totalement imprégnées par la halite. La phase non halitique se présente sous les deux

formes précitées: d'une part une matrice carbonatosulfatée microporeuse bien individualisée et riche en nodules d'anhydrite et d'autre part une matrice constituée de plages mal individualisées à contours flous très peu poreuses et très imprégnées de halite. Ce dernier type de matrice paraît être plus important dans l'échantillon P2 qui se caractérise également par sa richesse en halite.

3.1.2. Description de l'échantillon P2 de sel phénoblastique.

Le cliché photographique et le schéma simplifiée de la figure 12 présentent la face dessus de la lame épaisse P2. on constate que les phénoblastes sont nettement plus automorphes et de dimension plus réduite que dans l'échantillon P1. La phase non halitique présente les deux types de matrice carbonatosulfatée. Cependant ce sont les plages microporeuses bien individualisées qui prédominent dans l'échantillon où ils semblent cimenter les cristaux de halite parfois sous la forme de lisérés fin disposés le long des joints de grains. Cet aspect textural caractérise l'échantillon P2 et le diffère de P1 dont la matrice, beaucoup plus imprégnée de halite, paraît être intimement liée aux phénoblastes.

3.2. Echantillons de sel laiteux.

Les échantillons de ce lithofaciès proviennent du tronçon 900,70 - 900,95 m du sondage EZ58 dans le site d'Etrez. Ce tronçon est constitué de plusieurs séquences de sel laiteux primaires contenant des joints anhydritiques et évoluant en séquences de sel mixte laiteux/limpide.

Les lames épaisses L1, L2 et L4 proviennent de la zone de transition du sel laiteux en sel limpide. Plusieurs raisons ont conditionné ce choix:

- ces lames vont permettre d'étudier d'une même fois le comportement de plages limpides et de plages laiteuses ainsi que le comportement de leurs limites communes;

- la présence de plages limpides permet une bonne observation des éléments texturaux de la lame (joints de grains, inclusions fluides);

- les grains de halite limpides souvent de grande dimension, contiennent des inclusions solides et fluides isolées dont le rôle dans la déformation mérite d'être étudié. En particulier la lame L3 est sélectionnée du fait de sa richesse en inclusions fluides de différentes formes et dimensions. En effet cette lame est destinée à l'étude de la thermomigration des inclusions fluides sous l'action d'un gradient thermique.

La lame épaisse L3 provient d'une zone où le sel laiteux est prédominant. Elle permet d'étudier le comportement des zones très riches en inclusions fluides.

Chemin (1990) a mesuré pour ce lithofaciès une porosité ne dépassant pas 0,5% et une teneur moyenne en saumures intracristallines d'environ 0,5% en poids. Le Guen (1992) a mesuré des perméabilités au gaz de l'ordre de $3,10^{-17} \text{ m}^2$ sur des éprouvettes de sel laiteux provenant du même tronçon du sondage EZ53.

3.2.1. Description des échantillons L1, L2 et L4 de sel laiteux.

La figures 13 montre les clichés photographiques des deux faces dessous des échantillons L1 et L2 ainsi qu'une représentation schématique de L2. Ces deux lames ainsi que la lame L4 ont une texture identique qui se caractérise par la présence de deux zones limpide (à droite) et laiteuse (à gauche).



Figure 11 : Cliché photographique et représentation schématique montrant l'état initial avant essai de la face dessus de l'échantillon P1 de sel phénoblastique du Bassin Bressan.

- a: grain de halite ou phénoblaste;*
- b: plage de matrice carbonatosulfatée microporeuse individualisée;*
- c: plage de matrice carbonatosulfatée non poreuse imprégnée de halite;*
- d: nodule d'anhydrite*
- e: concrétion algaire*
- f: joint de grain ouvert*

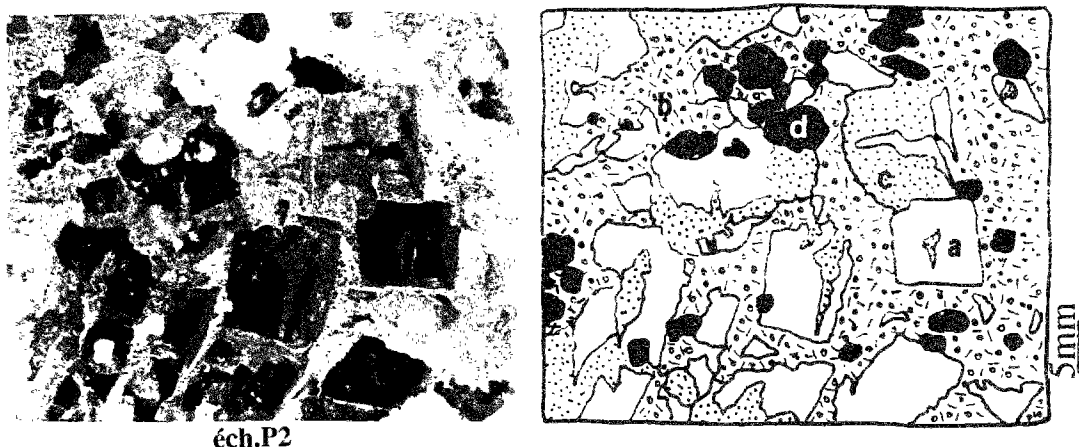


Figure 12 : Cliché photographique et représentation schématique montrant l'état initial avant essai de la face dessus de l'échantillon P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan.

- a: grain de halite ou phénoblaste;*
- b: plage de matrice carbonatosulfatée microporeuse individualisée;*
- c: plage de matrice carbonatosulfatée non poreuse imprégnée de halite;*
- d: nodule d'anhydrite*

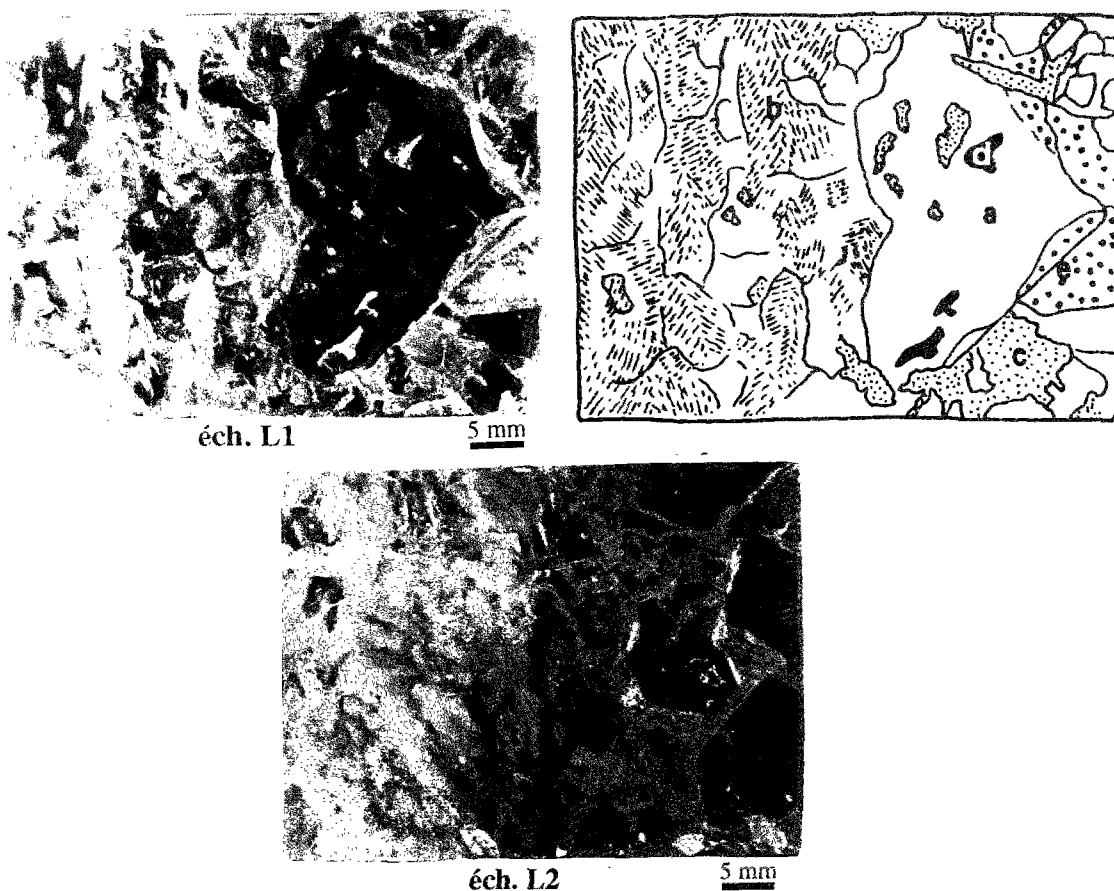


Figure 13 : Clichés photographiques montrant l'état initial avant essai de la face dessous des deux échantillons L1 et L2 de sel laiteux du Bassin Bressan et représentation schématique simplifiée de L1.

*a: halite limpide; b: halite laiteuse; c: matrice carbonatosulfatée
d: inclusion fluide; e: joint de grain ouvert.*

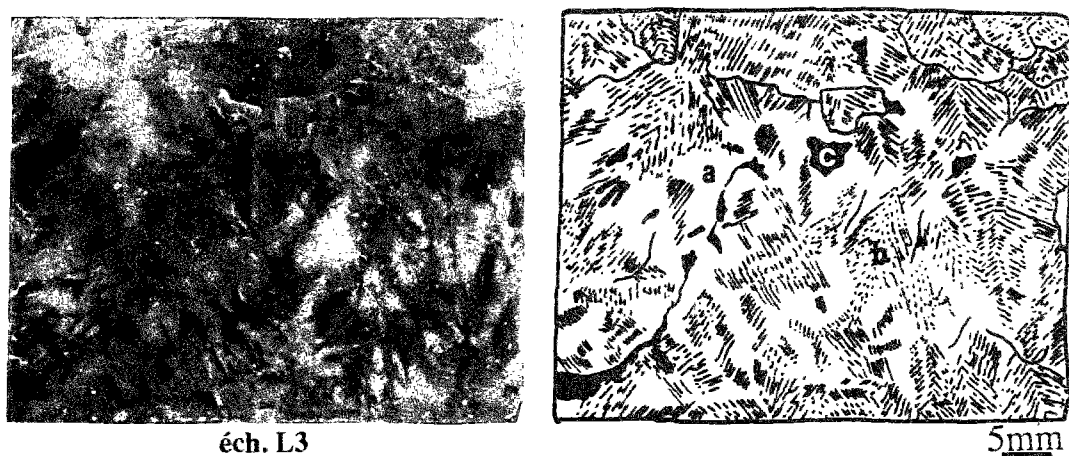


Figure 14 : Cliché photographique et représentation schématique montrant l'état initial avant essai de la face dessus de l'échantillon L3 de sel laiteux du Bassin Bressan.

a: halite limpide; b: halite laiteuse; c: matrice carbonatosulfatée

Dans la zone laiteuse les grains de halite sont essentiellement xénomorphes avec des joints plus ou moins bien individualisés. La taille des grains de halite est variable, comprise entre quelques millimètres et 15 mm. Malgré cette variabilité de dimension les grains sont localement relativement bien classés. Au coeur des grains se concentrent les inclusions fluides tandis que les bordures des grains peuvent être formées par de la halite limpide de recristallisation. Les inclusions fluides sont disposées suivant des figures de chevrons dont les axes ont approximativement la même orientation sur l'ensemble des grains ce qui confère à ce type de sel une anisotropie d'orientation cristalline importante.

Les zones limpides se caractérisent par la présence de grains de halite subautomorphes de grande taille contenant parfois des inclusions fluides de saumures ainsi que des inclusions solides constituées d'un mélange carbonatosulfaté. Ce mélange existe aussi sous la forme de liserés fins localisés le long des joints entre grains de halite. Cette zone apparaît plus fragilisée que la zone laiteuse et montre plusieurs joints de grains ouverts.

3.2.2. Description de l'échantillon L3 de sel laiteux.

L'échantillon L3 se caractérise par sa richesse en halite laiteuse (fig. 14). Cette texture dite hyperlaiteuse est celle d'un sel primaire n'ayant subi que peu de phénomènes diagénétiques (dissolution et recristallisation). C'est ce qui explique la prédominance de la halite laiteuse qui est la matière originelle du dépôt. On constate que les nuages d'inclusions fluides occupent plus de 60% en volume de la roche et se présentent en structures "en chevrons". Les axes des chevrons sont approximativement alignés suivant une même direction d'où l'anisotropie d'orientation cristalline prononcée de ce faciès. Les contacts entre grains de halite sont beaucoup moins individualisés que dans les autres échantillons de sel laiteux en raison de l'extension de la surface d'ancrage au niveau des joints entre grains de halite.

3.3. Échantillons de sel de Dôme.

Les échantillons de sel de dôme D1, D2 et D3 proviennent du niveau -800 m de la mine d'Asse.

La figure 15 montre un cliché photographique de la face dessus de l'échantillon D3 accompagnée de sa représentation schématique simplifiée et un cliché photographique de la face dessous de l'échantillon D2. On ne dispose pas malheureusement de cliché photographique de l'échantillon D1 étudié au BGR (Allemagne) dans le cadre d'une coopération. Les textures des trois échantillons sont identiques du fait de l'homogénéité du massif.

Les 3 lames étudiées sont constituées d'un sel très pur ($> 99\%$ de halite), blanchâtre de granulométrie fine à moyenne. La dimension des grains est variable et est comprise entre 1 et 10 mm avec une moyenne entre 3 et 5 mm. Les cristaux de halite sont subautomorphes, leur microstructure est celle d'un sel de dôme recristallisé et leur teneur en saumures est faible, de l'ordre de 0,05% en poids dont plus de la moitié est localisée dans les joints de grains (Uraï, 1986). Schulze (1991) a mesuré pour ce faciès une perméabilité à l'argon de l'ordre de $3,10^{-19} \text{ m}^2$.

Dans les trois échantillons l'orientation cristalline diffère d'un grain à l'autre et aucune orientation préférentielle n'est observée. En revanche, la distribution des formes des grains montre une anisotropie morphologique des grains suivant une direction préférentielle.

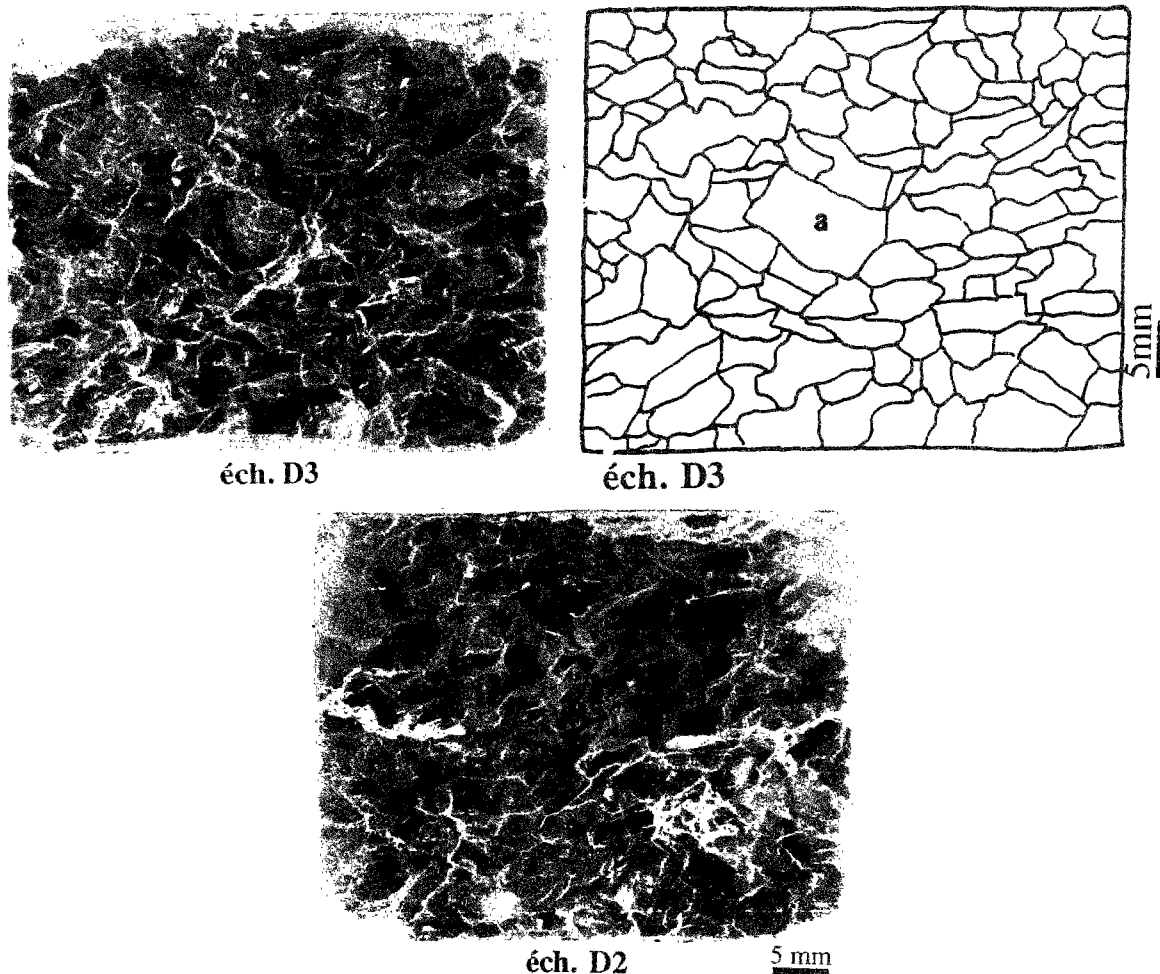


Figure 15 : Clichés photographiques montrant l'état initial avant essai de la face dessus de l'échantillon D3 et de la face dessous de l'échantillon D2. Représentation schématique simplifiée de D3.
a: grain de halite limpide

3.4. Préparation des lames épaisses.

La confection des lames épaisses de sel gemme est une opération délicate en raison de la grande fragilité de ce matériau. Les carottes sont d'abord prédécoupées avec une scie à lame circulaire diamantée de 200 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur. A partir de ces demi-carottes les lames épaisses sont ensuite confectionnées au moyen d'une microtrонonneuse de précision de référence ACCUTOM de chez STRUERS à avancement automatique utilisant une lame circulaire diamantée de 175 mm de diamètre et 0,5 mm d'épaisseur. Enfin les lames sont polies aussi finement que possible à l'aide d'une polisseuse mécanique.

En raison de la forte hygroscopie du sel gemme, les carottes sont conservées dans une salle spéciale à taux d'humidité faible et contrôlé. Les lames épaisses sont conservées dans des petites boîtes à fermeture étanche contenant du gel de silice.

4. Déroulement des essais.

4.1. Phase préliminaire de description détaillée des lames épaisses.

Avant l'essai une description détaillée de la lame épaisse est réalisée. Elle comprend notamment:

-l'identification complète (taille, forme, orientation,...) des différents éléments texturaux (joints de grains, inclusions...). Une grande attention est accordée aux joints de grains, du fait de leur rôle primordial dans le fluage en présence d'humidité;

-la prise des clichés photographiques à différentes échelles de l'ensemble des deux grandes faces de la lame et des détails observables dans les grains à la loupe binoculaire et au microscope.

Après ces travaux préliminaires, la lame épaisse est placée dans la microcellule entre les deux lames de verre. L'assemblage de la microcellule est ensuite effectué avec un soin particulier lors du serrage des vis afin de minimiser et de répartir de façon homogène les pressions sur les grandes faces de la lame.

4.2. Choix des conditions d'essai.

4.2.1. La contrainte et la température.

Bien que les lames de verres qui équipent la microcellule créent un certain confinement de la lame épaisse de sel, l'essai en microcellule se rapproche d'un essai uniaxial conventionnel. Pour cette raison le choix de la contrainte de compression appliquée à la lame épaisse de sel s'inspire des résultats obtenus par Charpentier et Bérest (1985) en ce qui concerne la résistance limite σ_c du sel du Bassin Bressan en fonction de la température (tableau 1).

| T (°C) | σ_c (MPa) |
|--------|------------------|
| 20 | 23,5 |
| 100 | 2,5 |
| 200 | 17,0 |

Tableau 1 : Résistance limite du sel du Bassin Bressan en fonction de la température (d'après Charpentier et Bérest, 1985).

Les essais effectués par Van Hasselt (1991) ont montré qu'à la température ambiante et pour une pression axiale appliquée de 15 MPa les déformations sont très lentes. Il est donc nécessaire d'augmenter la température pour obtenir des déformations mesurables et observables dans des délais raisonnables. Néanmoins la température ne doit pas dépasser 100°C afin d'éviter que les fluides aqueux présents dans les joints de grains ne passent en phase gazeuse ce qui conduirait à d'autres mécanismes de déformation et parce qu'un des objets de cette étude est de connaître l'influence de ces fluides sur la déformation.

Pour la plupart des essais la pression appliquée est de 17,5 MPa. Cependant il a été nécessaire pour certains échantillons d'appliquer des pressions plus faibles (16 MPa; 12,5 MPa et 5 MPa) afin d'éviter leur fissuration. Les températures auxquelles sont réalisés les essais sont 80°C et 100 °C.

La mise sous contrainte de la lame doit être lente et progressive afin d'éviter toute fissuration ou rupture précoce. Le premier jour la contrainte σ_1 est portée à 0,18 MPa. Les

cinq jours suivants on augmente la contrainte suivant une progression géométrique de raison 1,8 selon la loi:

$$\sigma_1(t) = 1,8^{t/10}$$

avec t : le temps en jours
 σ_1 : la contrainte qui s'exerce sur la lame en MPa

A partir du sixième jour où σ_1 atteint la valeur 3,4 MPa, on poursuit le chargement en augmentant chaque jour la contrainte d'un incrément de 2 MPa au maximum jusqu'à la valeur de contrainte souhaitée.

La montée en température de la lame épaisse doit également se faire progressivement. Pour cela, la température de l'étuve est incrémentée de 5°C toutes les 24 heures jusqu'à atteindre la température souhaitée (fig. 16).

4.2.2. Choix des conditions d'humidité.

En ce qui concerne l'application des conditions hygrométriques on a distingué deux types d'essais selon qu'ils soient à court ou à long terme.

Les essais à long terme durent environ 4 mois dont 2 mois de fluage en atmosphère sèche et deux mois de fluage en atmosphère humide (fig. 16). Ces essais ont pour objet l'étude de l'évolution dans le temps des micromécanismes de déformation sous l'influence de l'humidité. Cette période de deux mois permet d'atteindre, que ce soit en conditions sèches ou humides, le fluage stationnaire. Cinq essais ont été ainsi réalisés, deux sur le sel laiteux, deux sur le sel phénoblastique et un essai sur le sel de la mine d'Asse. A ces cinq essais il faut ajouter l'essai en microcellule réalisée par le BGR à Hanovre sur une lame de sel de dôme dans le cadre d'une coopération qui a eu lieu à ce sujet.

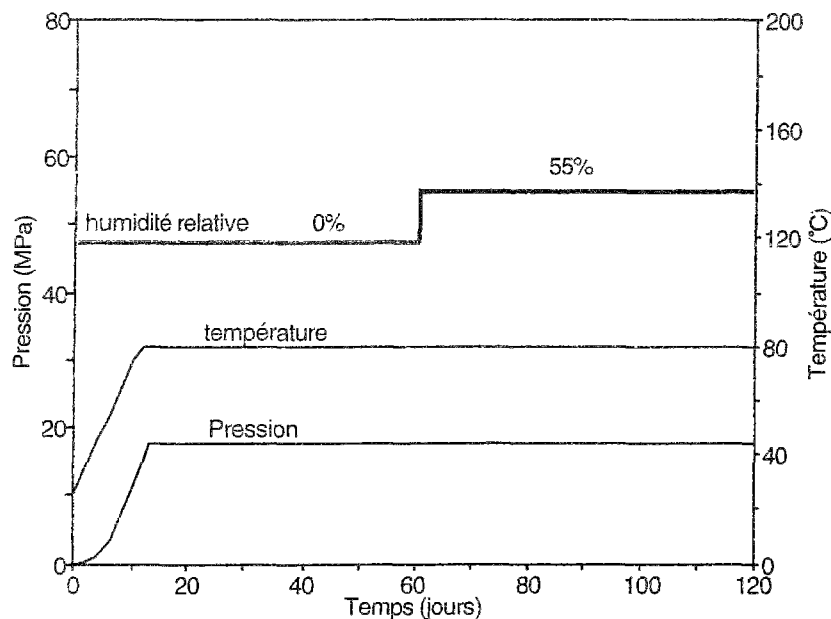


Figure 16 : Exemple d'application des conditions de contrainte, température et degré hygrométrique lors d'un essai à long terme en microcellule CGI.

Les essais à court ou moyen terme dont la durée est inférieure à deux mois ont pour objectif l'étude de certains phénomènes particuliers notamment le fluage transitoire provoqué par une augmentation du degré d'humidité relative, la thermomigration des inclusions fluides en condition de saturation de la porosité et la superposition du fluage dû à la sollicitation hygrométrique à celui dû à la sollicitation mécanique. Deux essais de ce type ont ainsi été réalisés sur le sel laiteux et un essai sur le sel de dôme.

Pendant le fluage à sec, la microcellule est placée dans l'étuve où l'atmosphère est parfaitement sèche. Le capteur Elcowa indique entre 80 et 100°C une valeur du degré d'humidité relative égale à celle mesurée dans le vide soit théoriquement 0%. La microcellule est ensuite transportée dans l'enceinte SECASI où on impose le degré d'humidité relative désiré. Celui-ci a été fixé à des valeurs supérieures à 50%. Ce choix s'est fait sur la base des travaux effectués au BGR (Schulze, 1991) qui ont montré que la dépendance du fluage du sel gemme à l'humidité est faible pour des valeurs du degré d'humidité relative inférieures à 45% et devient plus importante à partir de ce seuil.

4.2.3. Récapitulatif des essais effectués.

Le tableau 2 récapitule pour chacun des essais effectués la référence de l'échantillon et les conditions de pression, de température et d'humidité imposées.

| éch | t (j) | pression (MPa) | tempér. (°C) | humidité |
|-----|-------|--------------------------|------------------------|---------------------------------------|
| L1 | 112 | 17,5 | 100 | < 56j 0% > 57j 55% |
| L2 | 120 | 17,5 | 80 | < 58j 0% > 59j 55% |
| L3 | 68 | 12,5 | 80 | < 30j 0% > 31j 70% |
| L4 | 15 | 5,0 | 80-100 grad =4°C/cm | 80% |
| P1 | 282 | <249j 12,5 >250j 17,5 | 80 | <199j 0% >200j 55% |
| P2 | 144 | 17,5 | 100 | < 58j 0% 59j<114j 55% >114j 70% |
| D1 | 350 | 15,0 | 22 | plusieurs paliers entre 0% et 70% |
| D2 | 119 | 17,5 | 80 | < 83j 0% > 84j 55% |
| D3 | 55 | 12,5 | 80 | < 25j 0% > 26j 70% |

Tableau 2 : Récapitulation des conditions expérimentales des essais de fluage en microcellule.

A l'exception de l'essai de thermomigration tous les essais comportent deux phases: une phase dite *sèche*, puis une phase dite *humide*.

Au début de la première phase (phase *sèche*) l'échantillon est mis progressivement sous contrainte thermique et mécanique dans un environnement sec dont le degré d'humidité relative est voisin de 0%. Ces conditions sont maintenues par la suite pendant une période suffisamment longue pour permettre l'établissement d'un fluage stationnaire. Cette période est supérieure à deux mois pour les essais longs (échantillons L1, L2, P1, P2, D1 et D2) et elle est d'environ un mois pour les essais courts (échantillons L3 et D3).

La deuxième phase (phase *humide*) commence par l'augmentation du degré d'humidité relative jusqu'à une valeur qui sera maintenue jusqu'à la fin de l'essai excepté pour les échantillons P2 et D2 qui ont subi plusieurs paliers de degré d'humidité relative.

Le décalage entre la mise sous contrainte et l'imposition d'un fort degré d'humidité relative est nécessaire pour bien distinguer l'impact de chacune de ces deux sollicitations. En effet à partir d'un état stable et bien connu de la déformation stationnaire, il est plus commode de repérer les changements qui interviennent suite à un incrément du degré d'humidité relative et de déterminer ainsi les mécanismes de déformation qui se développent spécifiquement sous l'influence de l'humidité.

Au cours d'essais préliminaires, il a été constaté que l'application d'une contrainte de 17,5 MPa pendant la phase sèche provoque une dégradation de certains échantillons suite à l'apparition de microfissures et à l'ouverture de joints de grains. Ceci conduit à une augmentation de la porosité accessible à la vapeur d'eau et modifie artificiellement le comportement ultérieur de l'échantillon durant la phase humide de l'essai. Afin de remédier à ce problème une contrainte plus faible ($\sigma_1 = 12,5$ MPa) a été choisie pour les échantillons L3 et D3.

Quant à l'échantillon L4 qui a fait l'objet de l'essai de thermomigration, la mise sous contrainte a été effectuée dans l'enceinte humide avec un degré d'humidité relative élevé (H.R = 80%) afin d'obtenir une bonne saturation des joints de grains après condensation. Au cours de cet essai, une faible valeur de contrainte a été appliquée ($\sigma_1 = 5$ MPa) afin d'éviter toute fissuration notable et une ouverture démesurée des joints de grains qui conduiraient à une évacuation préférentielle dans l'espace poral ainsi créé des inclusions fluides en migration.

Vers la fin des deux essais de longue durée sur le sel laiteux du Bassin Bressan (échantillons L1 et L2) des fêlures sont apparues au sein de l'une des deux lames de verre maintenant l'échantillon en sandwich. La cause de ce phénomène réside probablement, d'une part dans la forte pression appliquée sur l'échantillon et d'autre part dans le taux de déformation très élevé atteint avec ce lithofaciès. Cependant, malgré les fêlures qui sont apparues, les lames de verre ont tenu jusqu'à la fin de l'essai et cet événement n'a eu que peu d'effet sur les courbes de fluage relevées.

Une augmentation après 114 jours d'essai du degré d'humidité relative de 55% à 70% pour l'échantillon P2 a conduit presque instantanément à la rupture de celui-ci.

4.3. Conditions de réalisation des observations en cours d'essais.

Les observations effectuées en cours d'essai nécessitent le retrait de la microcellule de l'étuve et son transfert dans la boîte de maintien de température où elle reste pendant toute la durée d'observation. La température de la lame reste ainsi pratiquement constante. En revanche le degré d'humidité relative au voisinage de la lame subit une légère variation. Etant donné la durée et le nombre limités des retraits de la microcellule (2h maximum et 1 à 2 fois par semaine), il est vraisemblable que ces variations n'ont pas des conséquences significatives sur la déformation de la lame épaisse de sel gemme. Les courbes de déformation en tout cas n'enregistrent pas de changements liés à ces observations.

Les observations sont régulières et sont toujours accompagnées par la prise de clichés photographiques de la lame épaisse (vues générales) et de différents éléments texturaux (vues de détail) afin de connaître leur évolution dans le temps. Les réglages de l'éclairage, les grossissements utilisés en fonction des différents types d'éléments texturaux à observer ainsi que la position des champs d'observation sont identiques d'une observation à l'autre ce qui confère aux observations une reproductibilité indispensable au caractère à la fois qualitatif et quantitatif de l'étude.

4.4. Méthodes d'analyse et d'exploitation des données.

4.4.1. Mesure de déformation.

La mesure du déplacement du piston de la microcellule depuis le début d'essai est relevée deux fois par jour en régime transitoire c'est à dire lors des changements des conditions de pression ou d'humidité et une fois par jour en fluage stationnaire.

Les mesures ainsi effectuées permettent le calcul des taux de déformation axiale de l'échantillon ainsi que des vitesses de déformation axiale tout au long de l'essai.

On peut ainsi établir des courbes de fluage qui permettent d'étudier l'évolution globale de la déformation de chaque échantillon et aident à l'interprétation des évolutions texturales observées. Elles permettent également d'effectuer des comparaisons de la cinématique des déformations d'un échantillon à l'autre en fonction du lithofaciès et de mettre en évidence d'éventuelles différences de sensibilité aux changements de conditions d'essais et notamment à l'évolution du degré d'humidité relative.

4.4.2. Analyse qualitative et quantitative de la texture.

L'analyse texturale est effectuée à partir des observations réalisées à deux échelles:

-à l'échelle de la lame épaisse grâce aux clichés photographiques pris avant, pendant et après l'essai qui permettent d'étudier l'évolution globale de l'échantillon.

-à l'échelle microscopique grâce aux observations à la loupe et au microscope des différents éléments de texture, et ce avant pendant et après essai. Les clichés photographiques de détail constituent un excellent support pour l'étude qualitative et quantitative de l'évolution de ces éléments texturaux.

Chapitre 3

Etude de la déformation globale des échantillons.

1. Analyse des courbes de fluage.

Les figures 17 à 21 présentent l'ensemble des courbes de fluage correspondant aux essais effectués.

1.1. Influence de la sollicitation hygrométrique.

Pour tous les types d'échantillons les courbes de fluage (fig. 17, 18 et 19) montrent qu'une augmentation du degré d'humidité relative enclenche une phase de fluage transitoire. Cette phase transitoire s'accompagne tout d'abord par une accélération de la déformation dont la vitesse atteint rapidement une valeur maximale. Dans un deuxième temps on observe un ralentissement de la vitesse de déformation qui finalement se stabilise à nouveau ce qui signifie que le fluage stationnaire se rétablit.

L'effet d'une augmentation du degré d'humidité relative est donc analogue à celui d'un incrément de pression et on peut parler d'une véritable sollicitation hygrométrique au même titre que les sollicitations mécaniques et thermiques.

L'essai en paliers de degré d'humidité relative réalisé sur l'échantillon D1 du sel de dôme de la mine d'Asse (fig. 17) montre qu'un incrément de quelques pour-cent d'humidité relative par exemple de 58% à 65% ou de 65% à 70% est suffisant pour provoquer un fluage transitoire notable. Il est important de noter que la vitesse de la phase de fluage stationnaire qui succède à la phase de fluage transitoire consécutive à une augmentation du degré d'humidité relative s'avère toujours supérieure à celle du fluage stationnaire qui la précède. Cette différence de vitesse de fluage stationnaire est d'autant plus importante que l'incrément hygrométrique est grand. Ainsi, suite à une augmentation du degré d'humidité relative de 9% à 58% la vitesse de déformation en phase stationnaire est multipliée par deux (fig. 17B).

A l'inverse la diminution du degré d'humidité relative de 70% à une valeur faible (H.R. < 5%) entraîne le ralentissement instantané de la déformation. Mais celle-ci ne semble pas se stabiliser et continue à évoluer même après une durée de 100 jours autour d'une vitesse moyenne de $2 \cdot 10^{-6} \text{ j}^{-1}$ environ.

La vitesse maximale immédiatement atteinte après chaque incrément est d'autant plus importante que l'augmentation du degré hygrométrique est grande. L'échantillon est donc plus sensible aux grandes variations hygrométriques.

Quand on analyse la durée de la phase de fluage transitoire c'est-à-dire le temps nécessaire avant d'atteindre le fluage stationnaire, on constate là aussi que l'amplitude de la variation hygrométrique est un facteur déterminant. Plus cette variation est grande plus ce fluage transitoire dure longtemps.

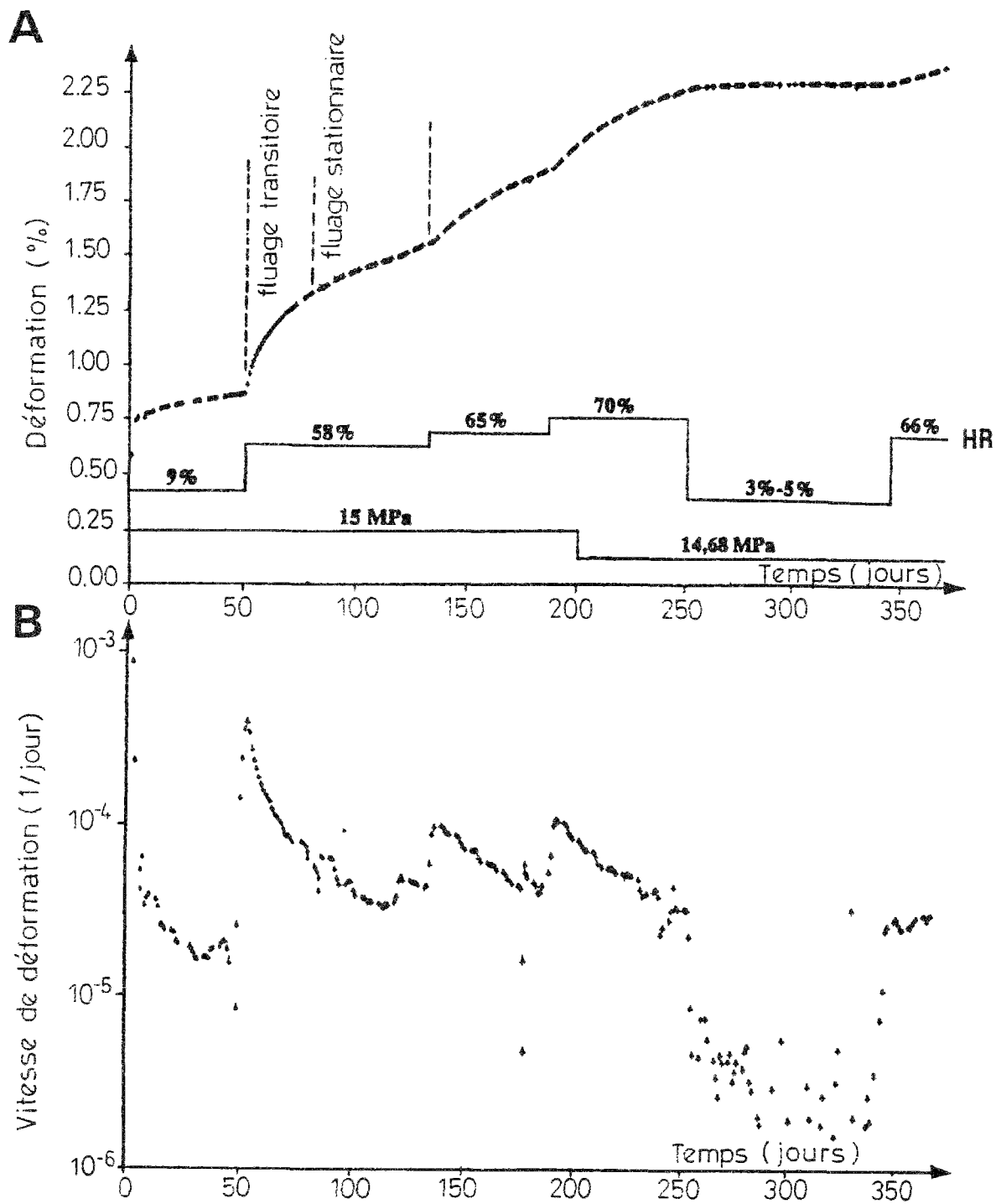


Figure 17 : Courbes de déformation de l'échantillon D1 de sel de dôme de la mine d'Asse obtenue lors d'un essai de fluage de longue durée en microcellule à 22°C sous plusieurs paliers d'humidité imposée.
A. courbe de déformation (HR: degré d'humidité relative)
B. courbe de vitesse de déformation

(Avec l'aimable autorisation du BGR)

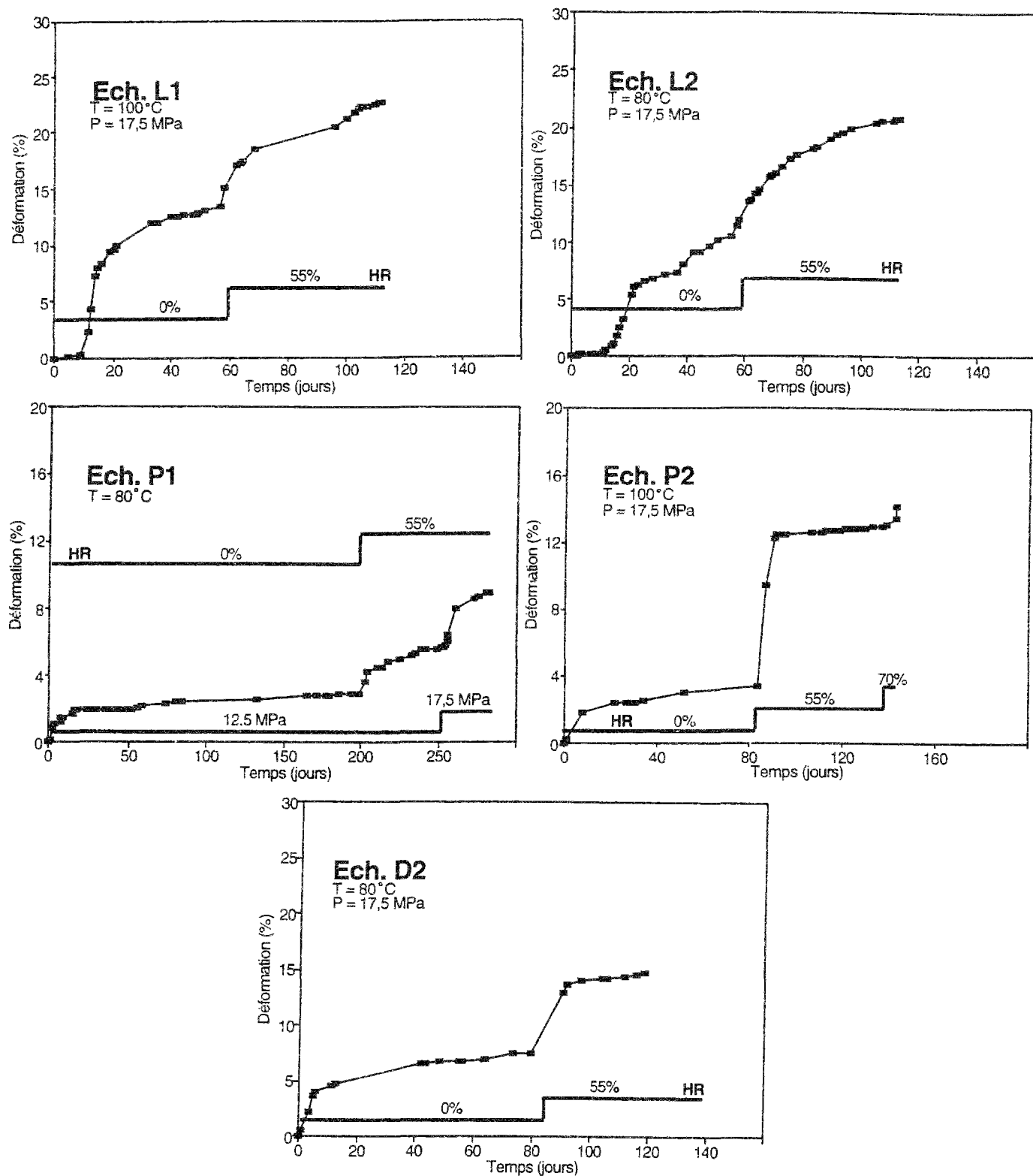


Figure 18 : Courbes de déformation obtenues à partir des essais de fluage de longue durée en microcellule.
HR: degré d'humidité relative

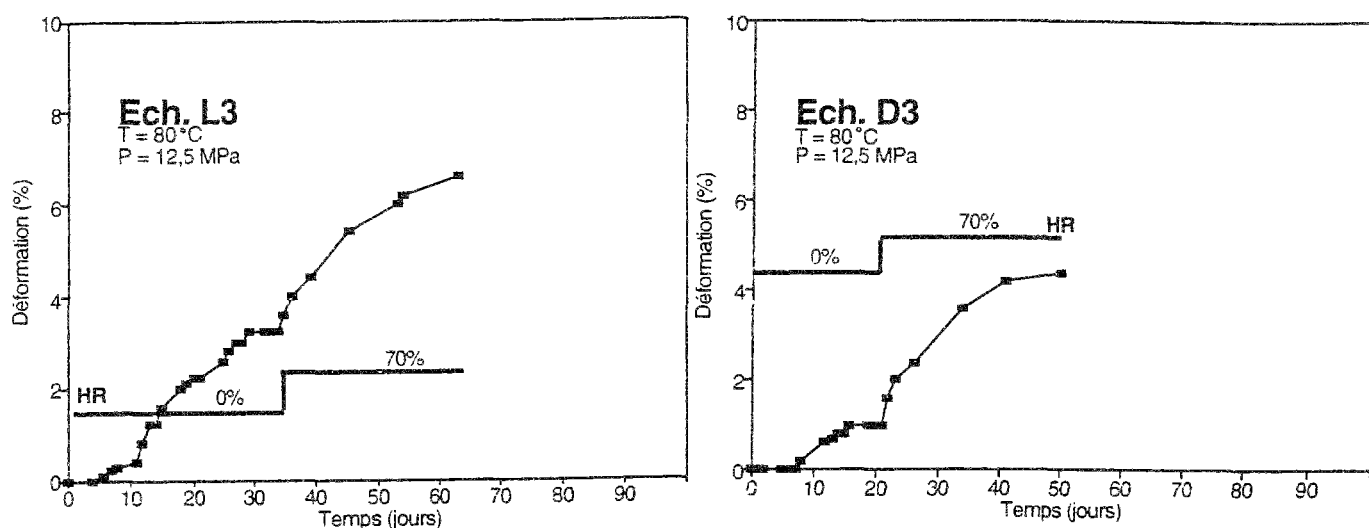


Figure 19 : Courbes de déformation obtenues à partir de deux essais de fluage de courte durée en microcellule.
HR: degré d'humidité relative

Afin de connaître la dépendance de la déformation résultant d'une sollicitation hygrométrique vis à vis de la contrainte appliquée, la température et la nature de l'échantillon plusieurs informations ont été extraites des courbes de fluage obtenues à partir des essais de fluage effectués en microcellule sur les échantillons L1, L2, L3, D1, D2, D3, P1 et P2. Le tableau 3 présente les résultats du calcul des taux et des vitesses de déformation stationnaire au cours des phases sèches et humides pour chacun des échantillons exception faite pour les essais de courte durée D3 et L3.

| | Ech | t (j) | P (MPa) | T (°C) | δ_x (%) | $\dot{\epsilon}_{sec} \times 10^{10} s^{-1}$ | $\dot{\epsilon}_{hum} \times 10^{10} s^{-1}$ |
|--------------------------|-----|-------|--------------|--------|----------------|--|--|
| sel laitex | L1 | 112 | 17,5 | 100 | 22,60 | 6,110 | 6,89 |
| | L2 | 120 | 17,5 | 80 | 20,80 | 7,560 | 8,19 |
| | L3 | 68 | 12,5 | 80 | 6,60 | — | — |
| sel phéno- -blastique | P1 | 282 | 12,5 17,5 | 80 | 9,00 | 0,579 | 2,87 4,90 |
| | P2 | 144 | 17,5 | 100 | 13,40 | 1,890 | 1,21 |
| sel de dôme | D1 | 350 | 15,0 | 22 | 2,25 | <0,185 | 0,30 |
| | D2 | 119 | 17,5 | 80 | 14,80 | 2,290 | 3,51 |
| | D3 | 55 | 12,5 | 80 | 4,40 | — | — |

Tableau 3 : Valeur des taux et des vitesses de déformation mesurés au cours des phases sèches et humides lors des essais.

Légende

δ_x : taux de déformation totale
 $\dot{\epsilon}_{sec}$: vitesse de déformation stationnaire en phase sèche
 $\dot{\epsilon}_{hum}$: vitesse de déformation stationnaire en phase humide

1.2. Analyse des phases de fluage transitoire.

La vitesse et l'amplitude du fluage transitoire dû à un incrément du degré d'humidité relative dépendent de la nature de l'échantillon, de l'état de contrainte et de la température.

D'une manière générale le fluage transitoire en atmosphère humide est plus lent pour les faciès de sel gemme pur, laiteux ou recristallisé, que pour le sel phénoblastique et il est plus rapide pour le sel de dôme de la mine d'Asse que pour le sel du Bassin Bressan (fig. 21).

Pour un même faciès le taux de déformation obtenu en phase humide est d'autant plus important que la contrainte appliquée est grande.

Si on rapporte la déformation transitoire au taux de déformation totale de l'échantillon en phase humide, on constate que le fluage transitoire est plus important dans le sel de la mine d'Asse que dans le sel laiteux du Bassin Bressan.

1.3. Analyse des phases de fluage stationnaire.

L'augmentation du degré d'humidité relative provoque une accélération de la déformation qui atteint rapidement une valeur maximale puis commence à fléchir lentement jusqu'à atteindre un régime stationnaire à vitesse de déformation constante qui, à l'exception de l'échantillon P2, est supérieure à la vitesse du fluage secondaire en phase sèche (cf. fig. 20 et 21).

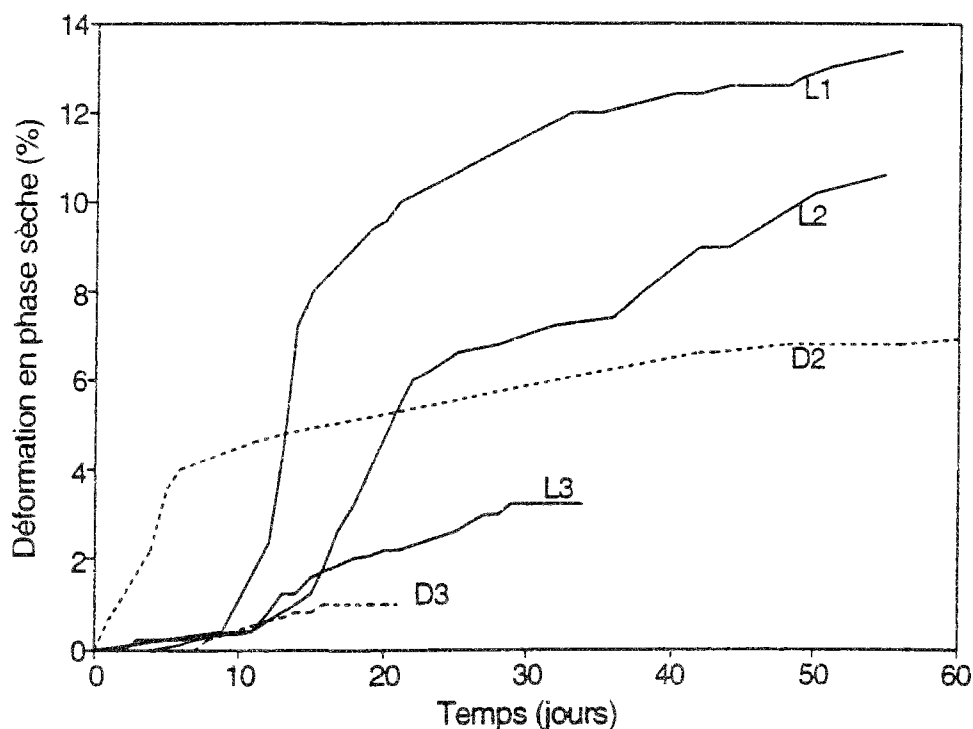


Figure 20 : Courbes de déformation en phase sèche de tous les échantillons de sel pur (sel laiteux et sel de dôme) lors des essais de fluage en microcellule.

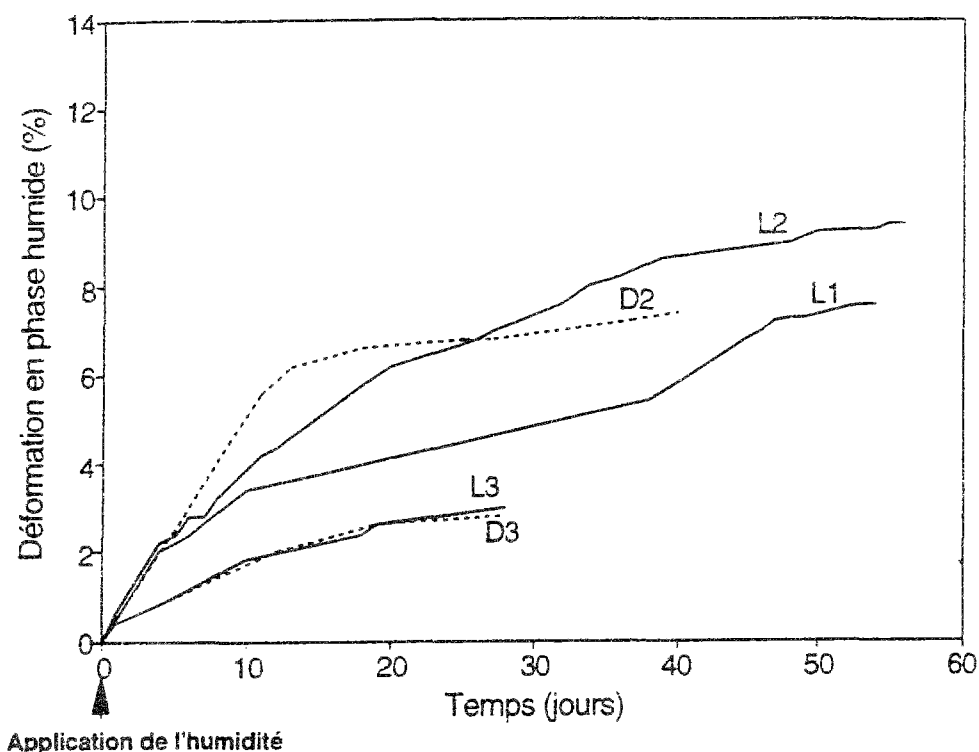


Figure 21 : Courbes de déformation en phase humide de tous les échantillons de sel pur (sel laiteux et sel de dôme) lors des essais de fluage en microcellule.

Quand on augmente le degré d'humidité relative de 0% à 55% la vitesse de déformation stationnaire est multipliée par un facteur de 2 pour le sel de la mine d'Asse et elle n'augmente que légèrement pour le sel laiteux du Bassin Bressan. Le sel de dôme semble donc être plus sensible à un incrément hygrométrique.

Dans le cas des échantillons de sel phénoblastique les résultats sont plus difficiles à interpréter. Quand on augmente de 0% à 55% le degré d'humidité relative, la vitesse de déformation du fluage stationnaire est multipliée par 5 dans l'échantillon P1 alors qu'elle chute légèrement dans l'échantillon P2. Ce comportement variable semble attribuable à la complexité et à la variabilité texturale de ce lithofaciès. Dans les échantillons P1 et P2, la microstructure des plages de matrice pauvres en halite d'imprégnation dans un cas et riches dans l'autre cas permet d'expliquer une réponse différente à la sollicitation hygrométrique.

2. Déformations globales des lames épaisses.

2.1. Echantillons de sel laiteux du Bassin Bressan.

Bien que provenant d'un tronçon de carotte globalement classé comme sel laiteux, les échantillons L1 et L2 présentent un faciès mixte sel laiteux/limpide. L'échantillon L3 présente, en revanche, un faciès laiteux sur la totalité de la lame épaisse. Les clichés photographiques de la figure 22 présente l'évolution de l'échantillon L1 au cours de sa déformation en phase sèche et humide. Les figures 23 et 24 présentent les clichés photographiques des échantillons L1, L2 et L3 avant et après essai en microcellule.

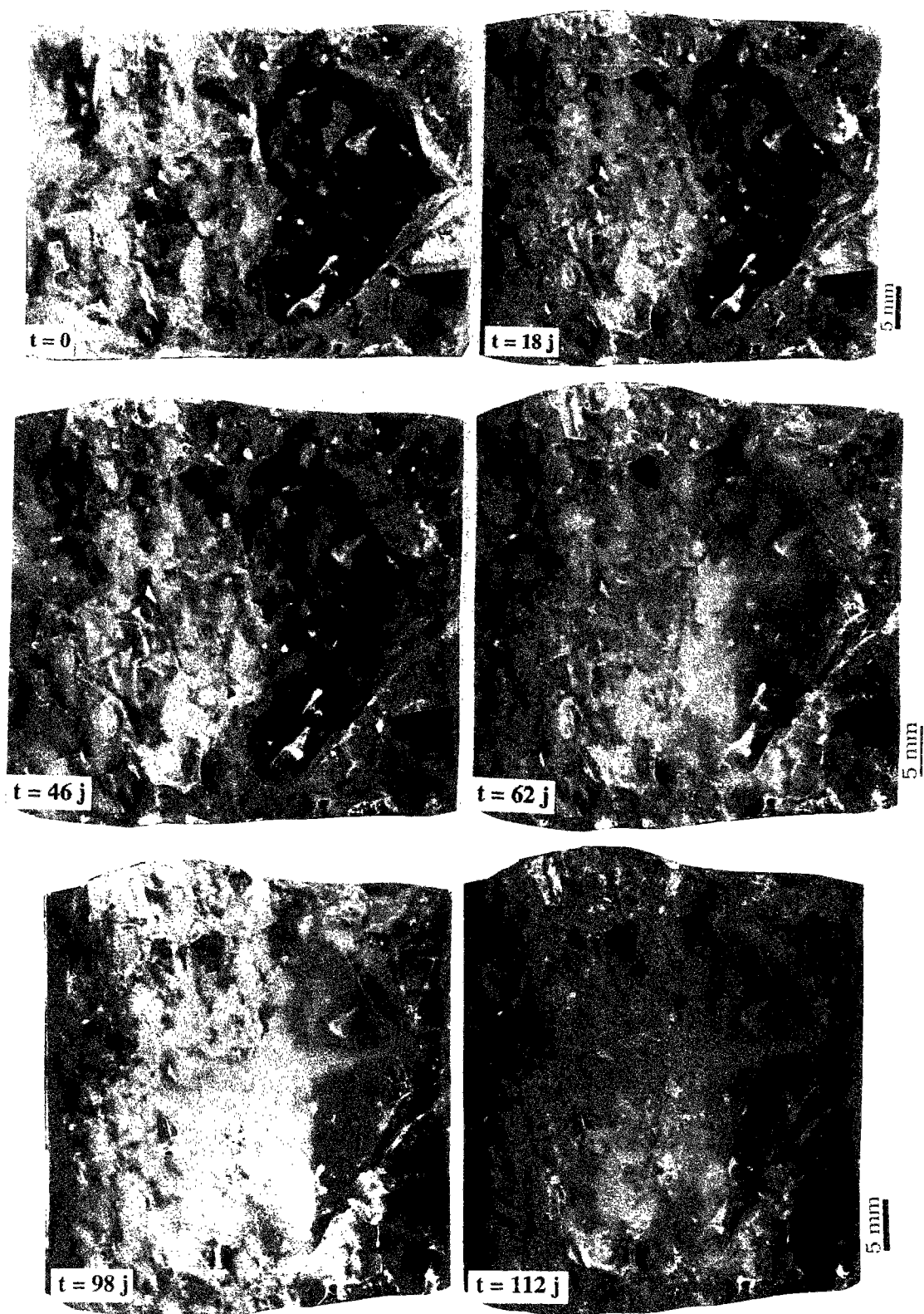


Figure 22 : Clichés photographiques montrant l'évolution de la face dessous de l'échantillon L1 au cours de sa déformation en phase sèche et humide lors d'un essai en microcellule. La zone laiteuse à gauche se déforme plus rapidement que la zone limpide à droite.

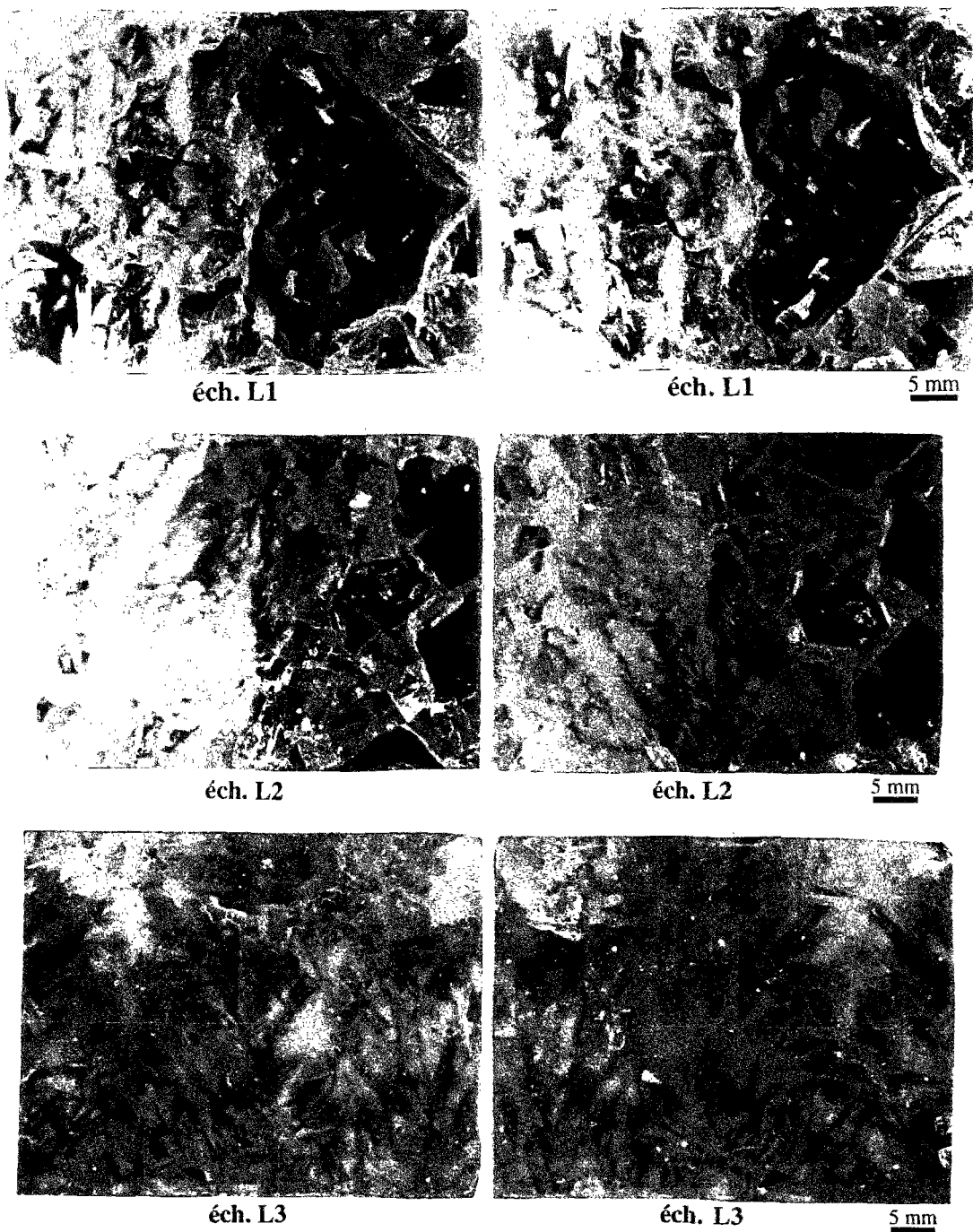
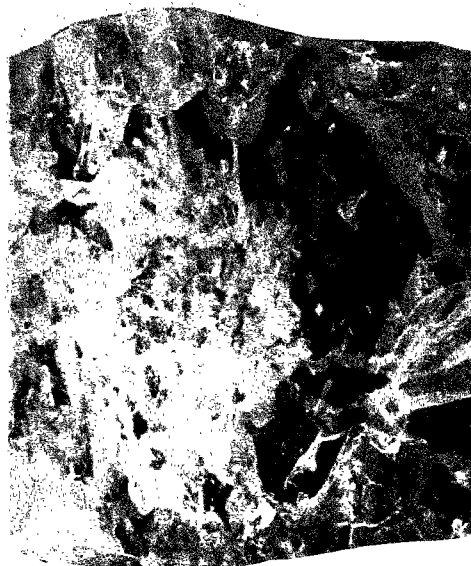


Figure 23 : Clichés photographiques des lames épaisses L1, L2 et L3 de sel laiteux du Bassin Bressan avant essai (face dessus à gauche et face dessous à droite). L1 et L2 se caractérisent par la présence d'une zone limpide à droite et d'une zone laiteuse à gauche tandis que L3 est essentiellement constitué de halite laiteuse.

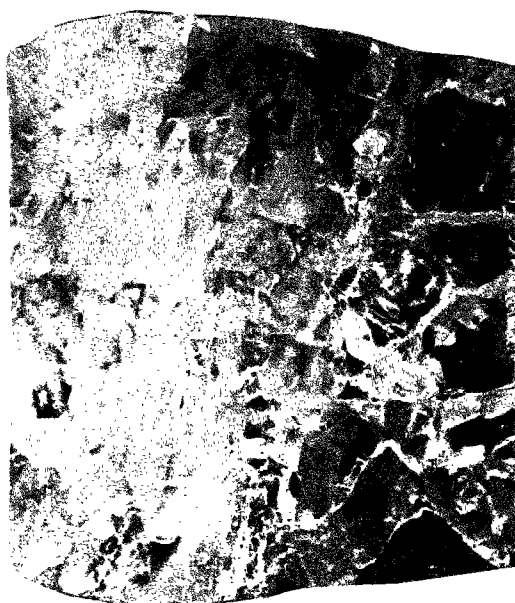


éch. L1

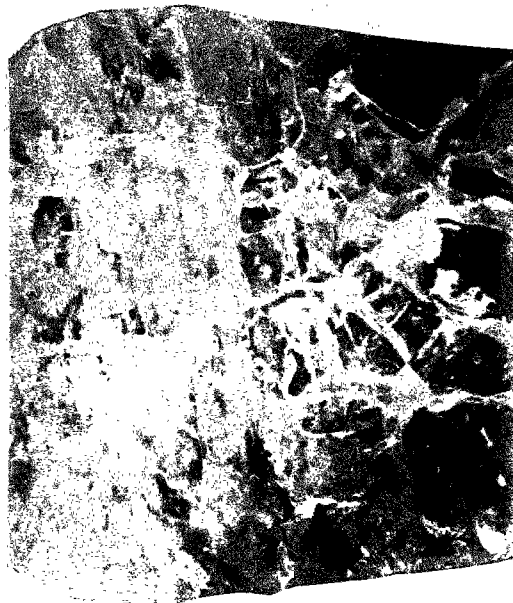


éch. L1

5 mm



éch. L2

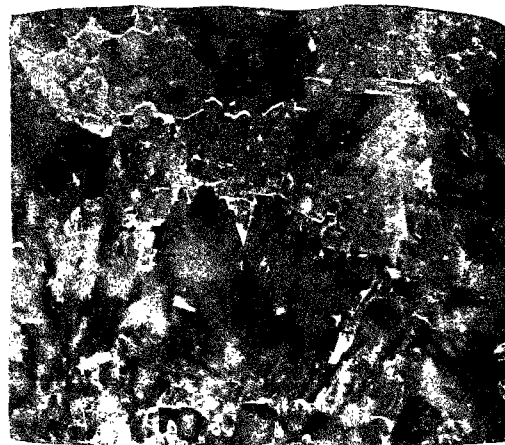


éch. L2

5 mm



éch. L3



éch. L3

5 mm

Figure 24 : Clichés photographiques des lames épaisses L1, L2 et L3 de sel laiteux du Bassin Bressan après essai, la face dessus est à gauche et la face dessous à droite. Dans Les lames L1 et L2 la halite laiteuse se déforme plus rapidement que la halite limpide tandis que la lame L3 se déforme de manière plus ou moins homogène.

Afin de comparer la sensibilité à l'humidité des zones laiteuses et limpides des deux échantillons L1 et L2 on a sélectionné et suivi dans les deux échantillons des couples de points repères. Ces points repères sont pris au sein des zones laiteuse et limpide dans des emplacements comparables vis à vis du champ de contrainte. Le déplacement des points repères a été suivi tout au long de l'essai ce qui permet d'étudier comparativement la déformation des zones laiteuse et limpide en phase sèche puis humide (fig. 25).

Pendant la phase sèche la zone laiteuse se déforme plus rapidement que la zone limpide. Ce comportement est bien connu dans le sel du Bassin Bressan et est dû à la présence des inclusions fluides qui augmentent notablement la ductilité de la halite laiteuse. Suite à l'augmentation du degré d'humidité relative la déformation s'accélère dans les deux faciès mais de manière plus forte dans le sel laiteux que dans le sel limpide; ensuite la déformation ralentit dans les deux faciès.

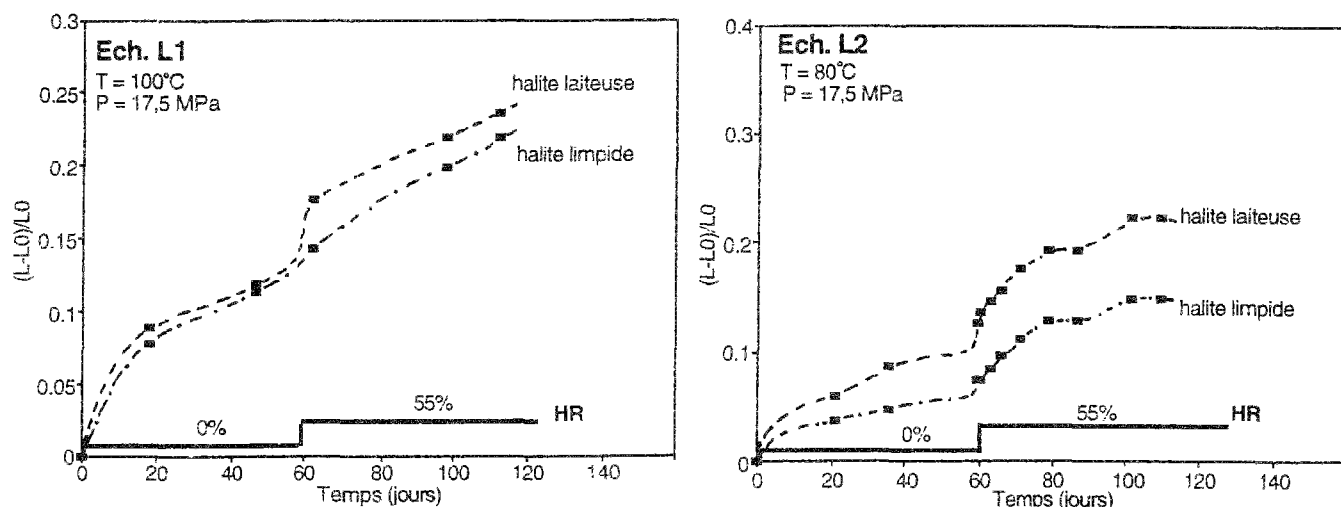


Figure 25 : Courbes de déformation des zones laiteuse et limpide de l'échantillon L1 et L2 de sel laiteux du Bassin Bressan.
(HR: degré d'humidité relative)

Le fait que les zones à halite laiteuse soient plus sensibles à un incrément hygrométrique que les zones à halite limpide peut avoir deux explications:

- une plus faible médiane granulométrique des grains de halite;
- des joints entre grains de halite plus propices à l'établissement de films de saumures continus qui facilitent la déformation.

Dans les zones à halite laiteuse la taille moyenne des grains est nettement plus petite que dans les zones à halite limpide. Ceci entraîne une plus grande surface de joints dans les zones à halite laiteuse pour un même volume de matière. Une plus grande quantité de vapeur d'eau est donc susceptible de s'adsorber, voire de se condenser, en surface des grains de halite et ainsi déclencher des mécanismes qui entraînent l'accélération de la déformation.

Les joints de grains dans les zones à halite laiteuse renferment plus d'inclusions fluides intercrystallines (notamment des inclusions en "flaques et canaux"). Un apport de molécules d'eau consécutif à une augmentation du degré d'humidité relative favoriserait une extension de ces inclusions et la constitution de véritables films continus de saumures ce qui rendrait plus actifs certains mécanismes de déformation, notamment ceux basés sur le phénomène de dissolution-cristallisation.

Afin d'appréhender les mécanismes qui sont à l'origine de l'accélération de la déformation suite à un incrément du degré d'humidité relative, des mesures de déformation ont été effectuées non seulement à l'intérieur de certains cristaux de halite mais également de part et d'autre de certains joints de grains (fig. 26). De manière générale on constate que pendant la phase sèche le mouvement relatif au sein des grains atteint un régime stationnaire de déformation qui ne semble pas être affecté par les variations du degré d'humidité. Cependant, dans le grand cristal limpide visible dans l'échantillon L1 on a noté que la position relative de certains points repères situés dans le voisinage immédiat du joint de grain bordant ce cristal est affectée par l'augmentation du degré d'humidité relative.

La position relative de deux points voisins situés de part et d'autre d'un joint perpendiculaire à l'axe de compression est notablement affectée par l'augmentation du degré d'humidité relative; en effet le rapprochement entre les deux points s'accélère. De même on a pu observer que la position relative de deux points situés de part et d'autre d'un joint parallèle à l'axe de compression est sensible à l'humidité.

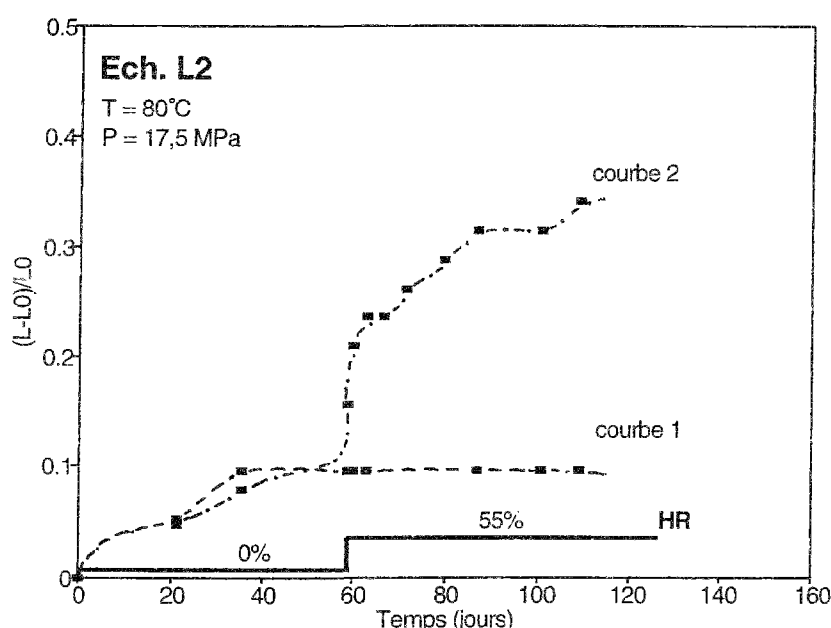


Figure 26 : Evolution de la distance entre deux points repères de l'échantillon L1 de sel laiteux du Bassin Bressan

(HR: degré d'humidité relative)

Courbe 1: les deux points repères sont pris au sein d'un même grain de halite

Courbe 2: les deux points repères sont de part et d'autre d'un joint de grain

Ces résultats permettent à ce stade peu avancé de l'étude de formuler l'hypothèse que dans nos essais l'humidité n'aurait pas ou peu d'influence sur le mouvement des dislocations propre au fluage transcrystallin. Elle agirait essentiellement au niveau des joints de grains où elle pourrait déclencher et entretenir des mécanismes tels que la lubrification et/ou la dissolution-cristallisation ce qui provoquerait une accélération de la déformation.

3.2. Echantillons de sel de dôme de la mine d'Asse.

Les échantillons de sel de la mine d'Asse se déforment de manière homogène en raison de l'absence de phases non halitiques macroscopiques et du caractère isotrope de l'orientation cristalline dans ce faciès (fig. 27 et 28).

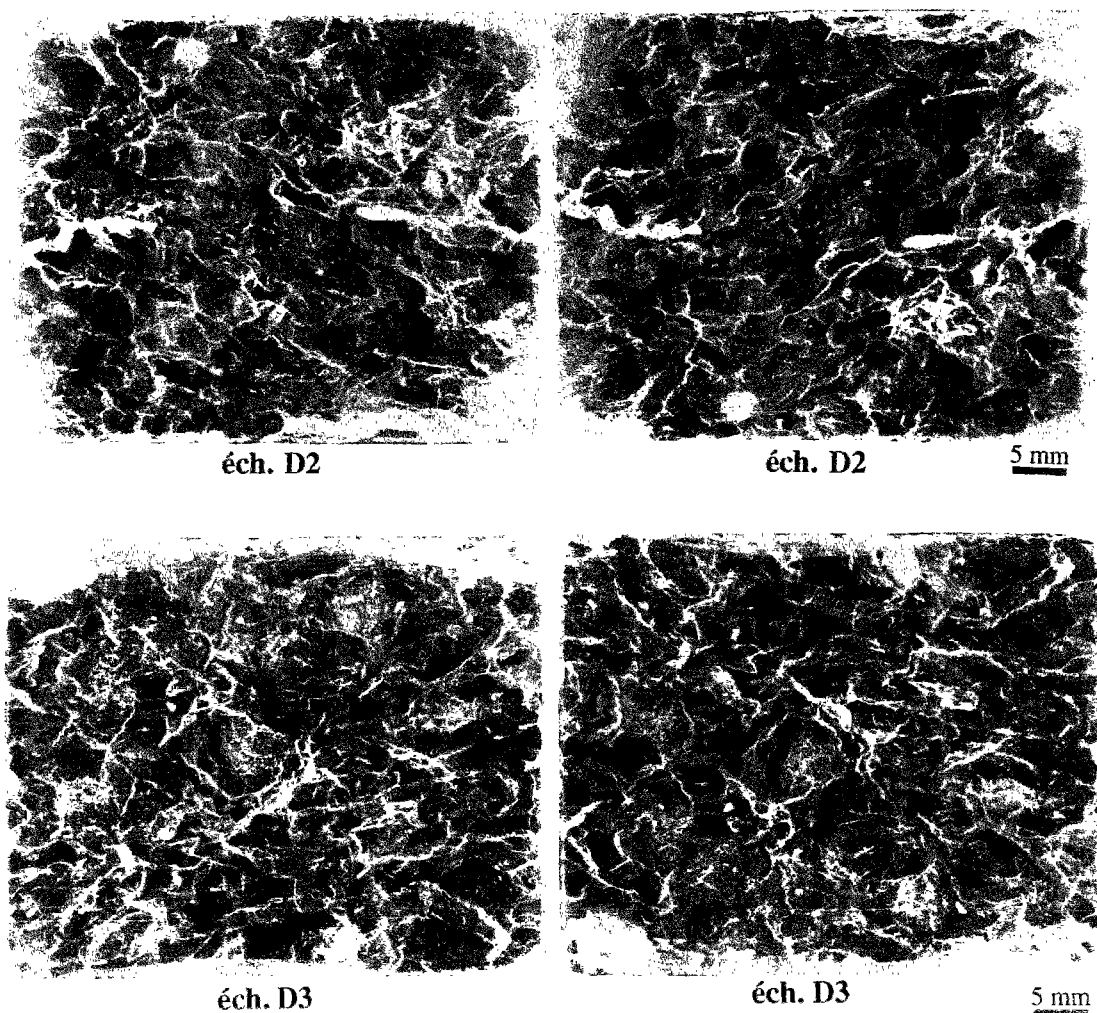


Figure 27 : Clichés photographiques des lames épaisses D2 et D3 de sel de dôme de la mine d'Asse avant essai, la face dessus est à gauche et la face dessous à droite. Les échantillons constitués de sel gemme pur montrent beaucoup de joints de grains ouverts suite aux opérations (carottage, usinage de la lame) qui fragilisent inévitablement l'échantillon.

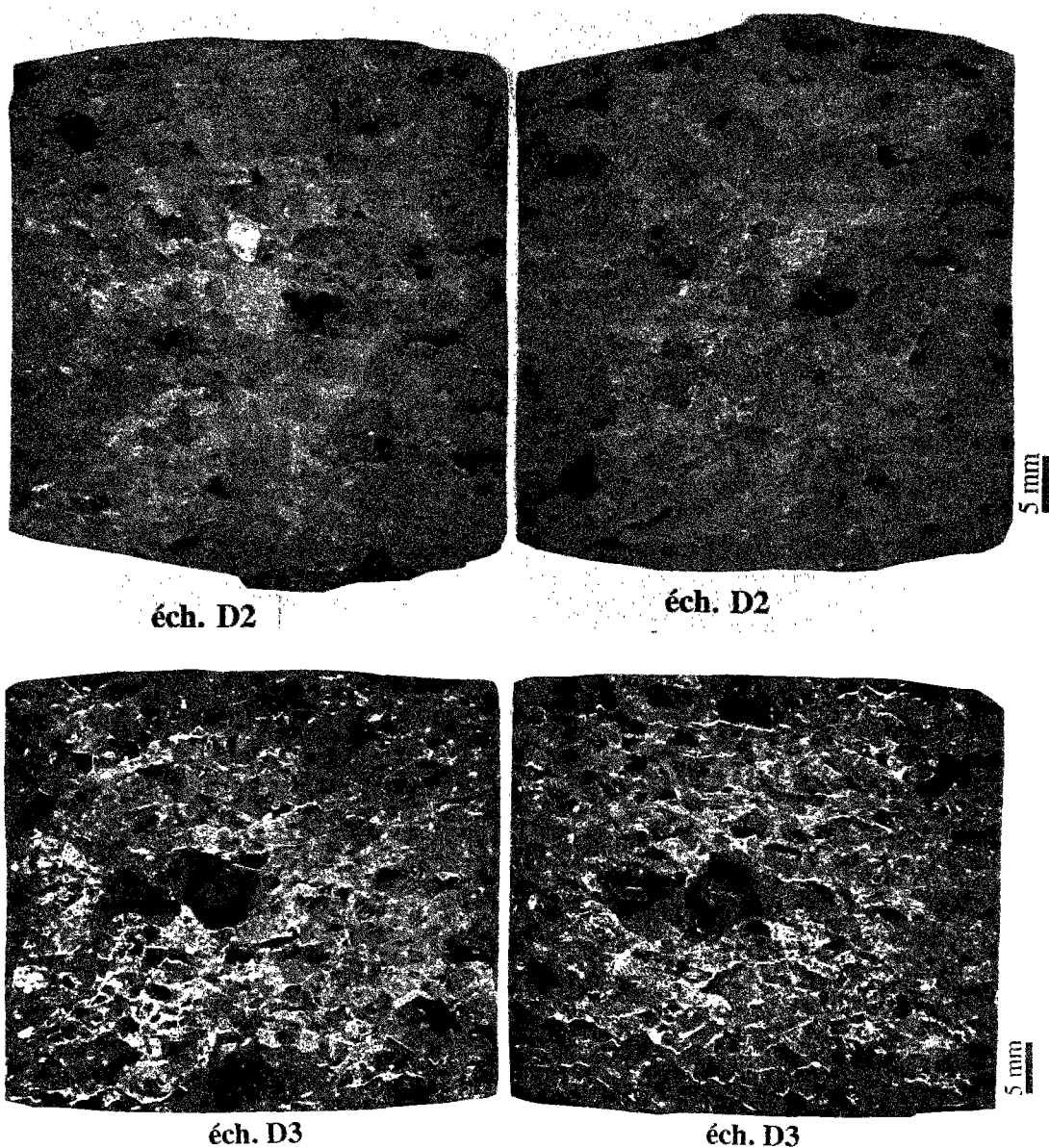


Figure 28 : Clichés photographiques des lames épaisses D2 et D3 de sel de dôme de la mine d'Asse après essai, la face dessus est à gauche et la face dessous à droite. En plus de la déformation plastique des échantillons, les mécanismes fragiles (fissuration, ouverture de joints, décollement de grains) sont particulièrement importants dans le sel de dôme sous l'influence de l'humidité.

De manière globale la déformation de ce type de sel en milieu humide se caractérise par un grand taux d'ouvertures intercrystallines dues aux faibles résistances à la traction et au cisaillement des joints de grains. Ceci s'accompagne également de très nombreux glissements grain sur grain. La déformation de ces échantillons présente un caractère beaucoup plus cataclastique que celle des échantillons de sel laiteux du Bassin Bressan.

3.3. Echantillons de sel phénoblastique du Bassin Bressan.

Les clichés photographiques des figures 29 et 30 montrent l'état des échantillons P1 et P2 de sel phénoblastique avant et après essai en microcellule.

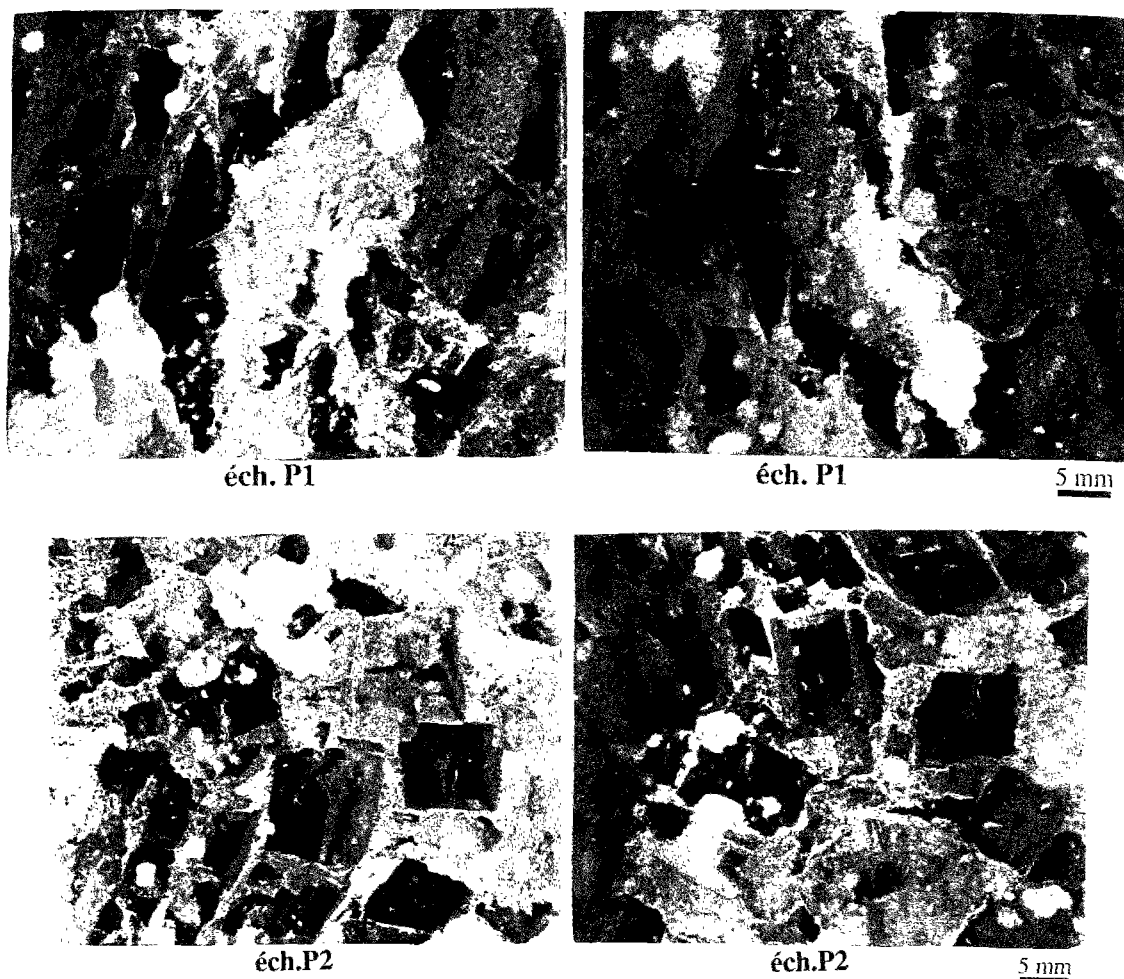


Figure 29 : Clichés photographiques des lames épaisses P1 et P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan avant essai, la face dessus est à gauche et la face dessous à droite. L'échantillon P1 se caractérise par sa richesse en halite et par la présence d'une matrice carbonatosulfatée très imprégnée de halite tandis que P2 moins riche en halite se caractérise par la présence d'une matrice carbonatosulfatée microporeuse et bien individualisée.

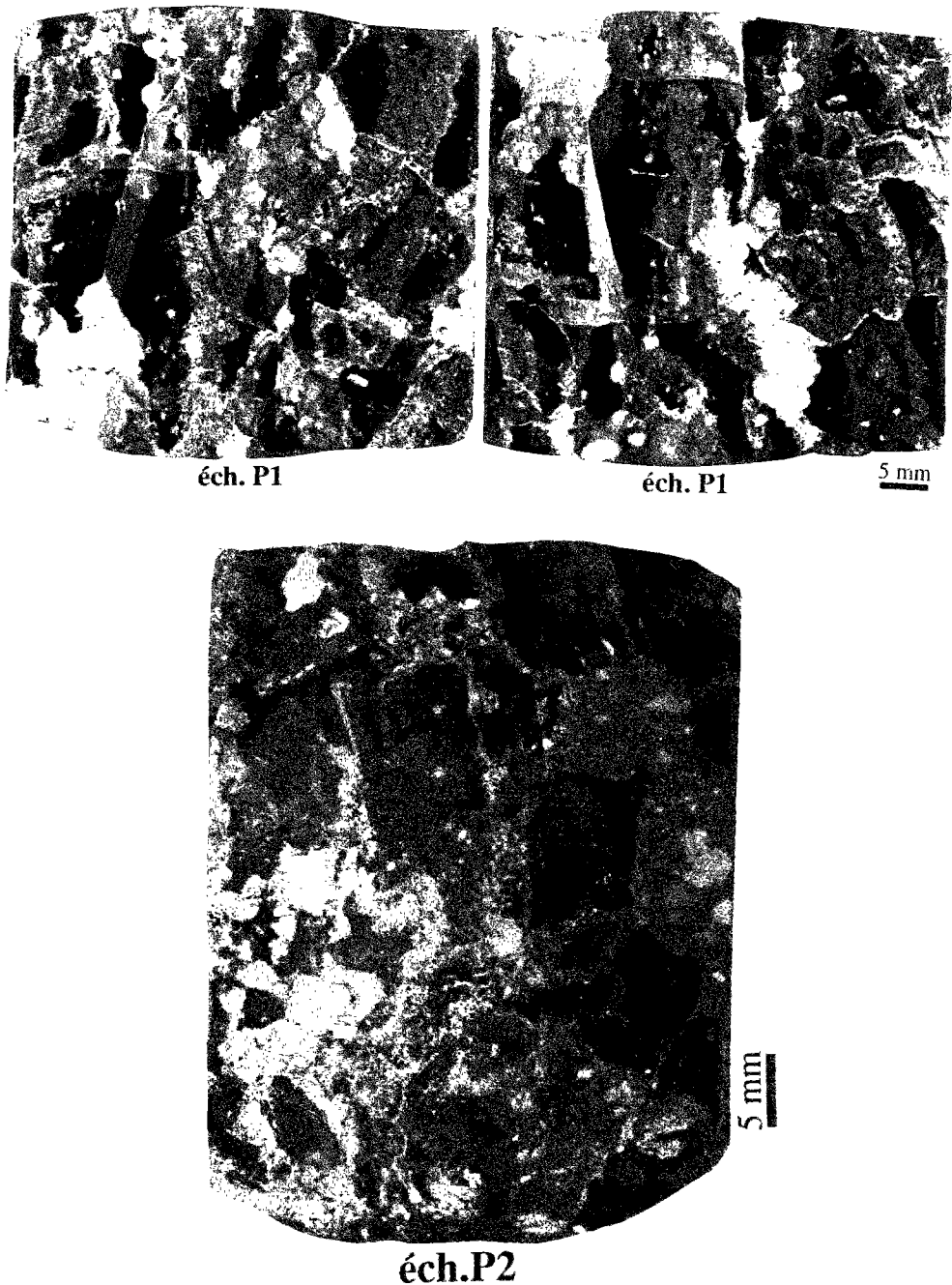


Figure 30 : Clichés photographiques des lames épaisses P1 et P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan après essai (face dessus à gauche et face dessous à droite pour P1; seule la face dessous de P2 a pu être photographiée en raison de la rupture de l'échantillon). Sous l'action de l'humidité et la température l'hydratation de l'anhydrite en gypse a lieu au niveau de la matrice carbonatosulfatée microporeuse abondante dans P2. Le gonflement important qui accompagne cette réaction a entraîné la rupture de P2.

Les échantillons P1 et P2 se caractérisent par des textures très complexes en raison de la présence de plages de matrice carbonato-sulfatée et de nodules d'anhydrite. La matrice carbonato-sulfatée dans ces échantillons se présente sous deux formes assez distinctes:

- la matrice en plages microporeuses bien individualisées pauvre en halite d'imprégnation;
- la matrice en plages à contours diffus, très peu poreuse, fortement imprégnée de halite.

La matrice de l'échantillon P2 est essentiellement du premier type, elle se présente sous forme de plages microporeuses bien individualisées qui semblent cimenter les phénoblastes de halite avec lesquels elle possède des contacts nets.

La matrice de l'échantillon P1 est essentiellement du second type. La majeure partie de cette matrice est imprégnée de halite en croissance syntaxique à partir des phénoblastes voisins. Les contacts entre matrice et phénoblastes sont flous.

Cette différence texturale est capitale et confère aux deux échantillons des comportements assez différents (cf. fig. 29 et 30). Pendant la phase sèche, la matrice microporeuse en plages bien individualisées présente un comportement rigide qui se manifeste par le développement d'une microfissuration. Les fissures sont généralement parallèles à l'axe de la contrainte appliquée et sont situées au sein des plages carbonato-sulfatées ainsi qu'aux contacts entre matrice et nodules d'anhydrite. En revanche la matrice en plages à contours diffus se déforme de la même façon que les phénoblastes voisins, c'est à dire avec un comportement ductile mais avec cependant une vitesse de déformation plus faible du fait du freinage de la halite d'imprégnation par les cristallites non-halitiques.

L'augmentation du degré d'humidité relative conduit à une dégradation intense de la matrice microporeuse en plages bien individualisées. D'une part les fissures s'accroissent et traversent les nodules d'anhydrite. D'autre part les plages carbonato-sulfatées s'effritent et perdent leur cohésion; ceci semble résulter de l'hydratation de l'anhydrite en gypse. Cette réaction, favorisée par la température élevée et le fort degré d'humidité relative s'accompagne d'un gonflement très important qui entraînerait une fissuration intense de la phase non halitique.

Le comportement particulier de ce type de matrice en présence d'humidité explique le fait que la courbe de fluage de l'échantillon P2 montre une variation très brutale dès l'augmentation du degré d'humidité relative de 0% à 55%. La déformation transitoire qui suit cette augmentation du degré d'humidité relative est en effet trois fois plus grande que le taux de déformation atteint après 80 jours de fluage lors de la phase sèche. A la fin de cette phase transitoire la déformation ralentit et évolue ensuite à vitesse constante mais très faible pendant deux mois. Ceci indique un retour au fluage stationnaire. En fin d'essai une seconde augmentation du degré d'humidité relative de 55% à 70% a conduit en l'espace d'un jour à la rupture de l'échantillon. L'intense dégradation de l'échantillon P2 après essai est très visible sur le cliché photographique de la figure 29. En plus d'une intense fissuration, on observe un net blanchiment de certaines plages carbonatosulfatées. Ce phénomène est attribuable à la formation de gypse en minuscules cristaux par hydratation partielle de l'anhydrite.

3. Conclusion.

L'étude à l'échelle macro- et mésoscopique de la déformation a permis de recueillir des éléments permettant de formuler quelques hypothèses concernant l'influence de l'humidité sur le fluage du sel.

Quelque soit la nature de l'échantillon, l'état de contrainte et la température, une augmentation du degré d'humidité relative même faible (5%) entraîne toujours un fluage transitoire rapide suivi d'un fluage stationnaire à vitesse de déformation constante et généralement supérieure à celle du fluage stationnaire qui précède.

La texture de l'échantillon joue un rôle important. Dans le sel laiteux du Bassin Bressan, les zones riches en halite laiteuse sont plus sensibles à l'humidité que celles riches en halite limpide. Le sel phénoblastique présente quant à lui un comportement variable qui semble fortement lié à la microstructure et à la composition des plages non-halitiques. La dégradation spectaculaire de la matrice carbonatosulfatée est probablement due à l'hydratation de l'anhydrite en gypse. Par ailleurs le sel de dôme de la mine d'Asse semble être plus sensible à l'influence de l'humidité que le sel laiteux du Bassin Bressan.

En ce qui concerne les mécanismes de déformation il semble que l'humidité agisse essentiellement au niveau des joints où elle peut s'adsorber ou se condenser ce qui déclenche certains mécanismes de déformation induisant le fluage transitoire qui suit toute augmentation du degré d'humidité relative.

Afin d'approfondir ces premiers résultats une étude détaillée des évolutions texturales et microstructurales à l'échelle microscopique a été effectuée.

Chapitre 4

Analyse comparative de l'évolution texturale et microstructurale des différents types de sel gemme.

1. Evolution détaillée des marqueurs texturaux et microstructuraux.

1.1. Evolution des joints de grains.

A l'exception du sel phénoblastique où la matrice est souvent microporeuse, les ouvertures aux joints de grains constituent pour les autres faciès de sel pur, laiteux et recristallisé, l'essentiel de la porosité immédiatement accessible à la vapeur d'eau. Plusieurs mécanismes de déformation sont donc susceptibles d'intervenir dans les joints de grains et au voisinage de ceux-ci lors d'un fluage en présence d'humidité. Leur nature ainsi que leur importance relative dépendent de plusieurs facteurs qui sont la morphologie (planéité, rugosité...) et la nature des joints, leur orientation par rapport à l'axe de compression ainsi que leur contenu en inclusions fluides et solides.

1.1.1. Forme et état de surface.

Les deux clichés photographiques A et B de la figure 31 montrent les deux types de joints de grains les plus souvent observés dans les faciès de sel pur. Ils diffèrent essentiellement par leur morphologie et leur état de surface. Le cliché A présente des joints de grains typiques du sel de dôme de la mine d'Asse. Ces joints se présentent sous la forme de surfaces simples, courbes ou planes. Ils sont ouverts vraisemblablement du fait du relâchement des contraintes internes et contiennent des saumures sous forme de gouttelettes très fines assez régulièrement réparties le long de la surface du joint. La disposition de ces gouttelettes montre que l'ouverture des joints de grains ne s'est pas faite instantanément mais qu'il y a eu une propagation à vitesse régulière de l'ouverture des joints. La régularité de la disposition des gouttelettes nous conduit à penser qu'elles sont apparues par division d'un film quasi continu de saumures de faible épaisseur qui saturait in situ les ouvertures aux joints de grains. Cette morphologie de joint de grains va de pair avec une très faible résistance au cisaillement (et à la traction).

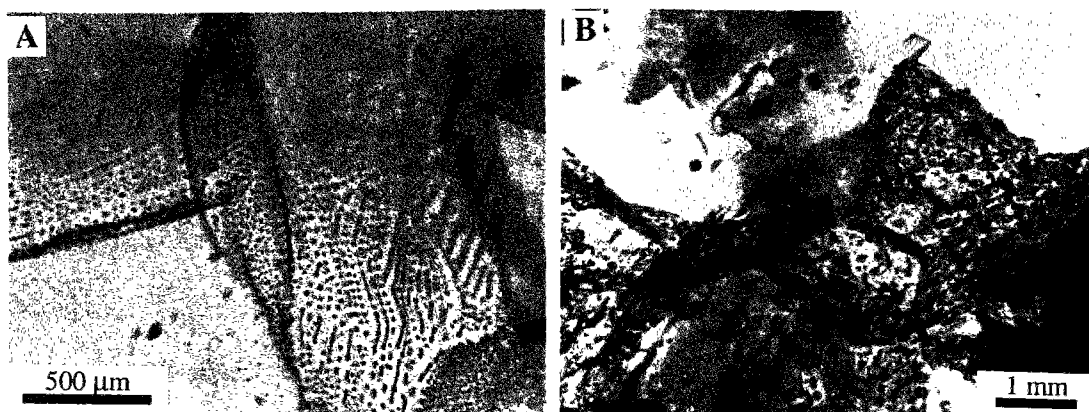


Figure 31 : Clichés photographiques montrant deux types de joints entre grains de halite. (A): joint de surface lisse et simple dans le sel de dôme. (B): joint de surface rugueuse et complexe dans le sel laiteux.

Le cliché B présente un joint de grains typique du sel laiteux du Bassin Bressan. Il est caractérisé par une surface complexe bosselée et rugueuse qui atteste d'une forte interpénétration des deux grains séparés par le joint. Par ailleurs, le joint contient des saumures sous forme d'inclusions en forme de flaques et canaux et présente des jonctions solides nombreuses entre les deux grains. Cette morphologie de joint de grains va de pair avec une assez forte résistance au cisaillement (et à la traction).

La figure 32 est une représentation schématique de la nature du contact entre deux grains dans le sel de la mine d'Asse et le sel laiteux du Bassin Bressan.

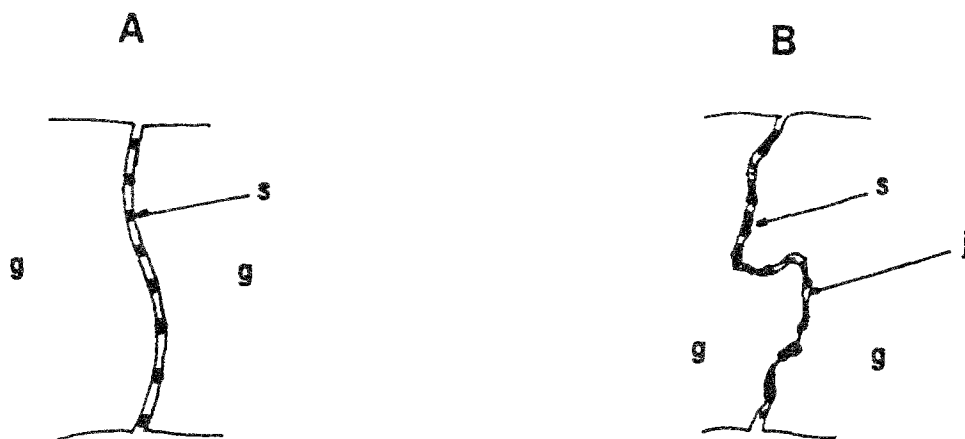


Figure 32 : Représentation schématique de sections à travers des joints de grains de halite. (A): joint de courbure très simple dans le sel de dôme de la mine d'Asse. (B): joint de courbure complexe dans le sel laiteux du Bassin Bressan.

g: grain de halite; j: joint de grains; s: inclusion de saumure

La différence de comportement à un cisaillement que l'on peut attendre des deux types de joints de grains du fait de leur différence de morphologie et d'état de surface a été souvent observée au cours des essais réalisés sous influence de l'humidité. Les deux clichés photographiques de la figure 33 illustrent cette différence de comportement au cisaillement des joints de grains dans les deux lithofaciès (sel laiteux et sel de dôme). On constate que le cisaillement dans l'échantillon de sel de la mine d'Asse se manifeste par un simple glissement grain sur grain favorisé par l'ouverture du joint et par la surface lisse et simple de celui-ci (fig. 33A). Dans le sel laiteux la rugosité des joints et les jonctions solides entre grains voisins empêchent le glissement. La déformation s'exprime de ce fait à l'intérieur des cristaux de halite au voisinage du joint de manière plastique (fig. 33B).

La figure 34 est une représentation schématique simplifiée de ce phénomène.

1.1.2. Orientation des joints.

On distingue trois comportements différents selon que le joint est parallèle, perpendiculaire ou oblique par rapport à l'axe de compression local.

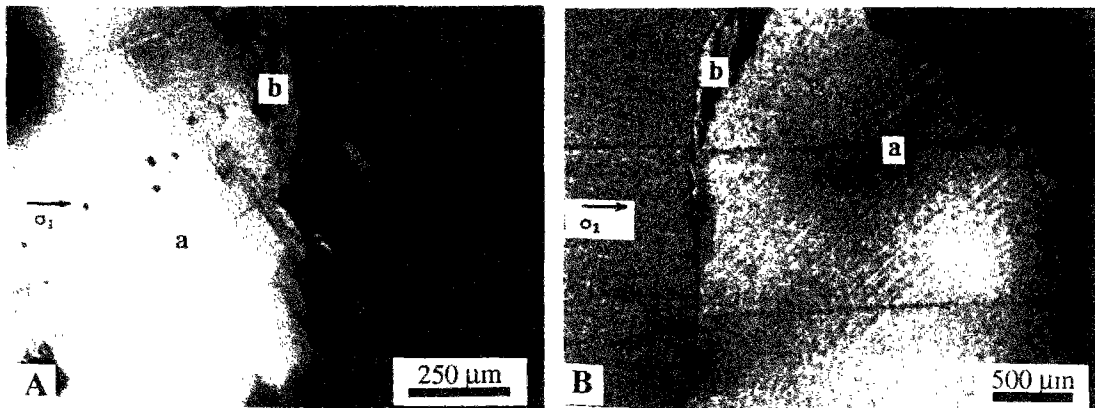


Figure 33 : Clichés photographiques illustrant la déformation en cisaillement de joints de grains sous l'influence de l'humidité dans l'échantillon L3 de sel laiteux du Bassin Bressan (A) et dans l'échantillon D1 de sel de dôme de la mine d'Asse (B) au cours d'essais en microcellule.
a: strie de polissage; b: joint de grain

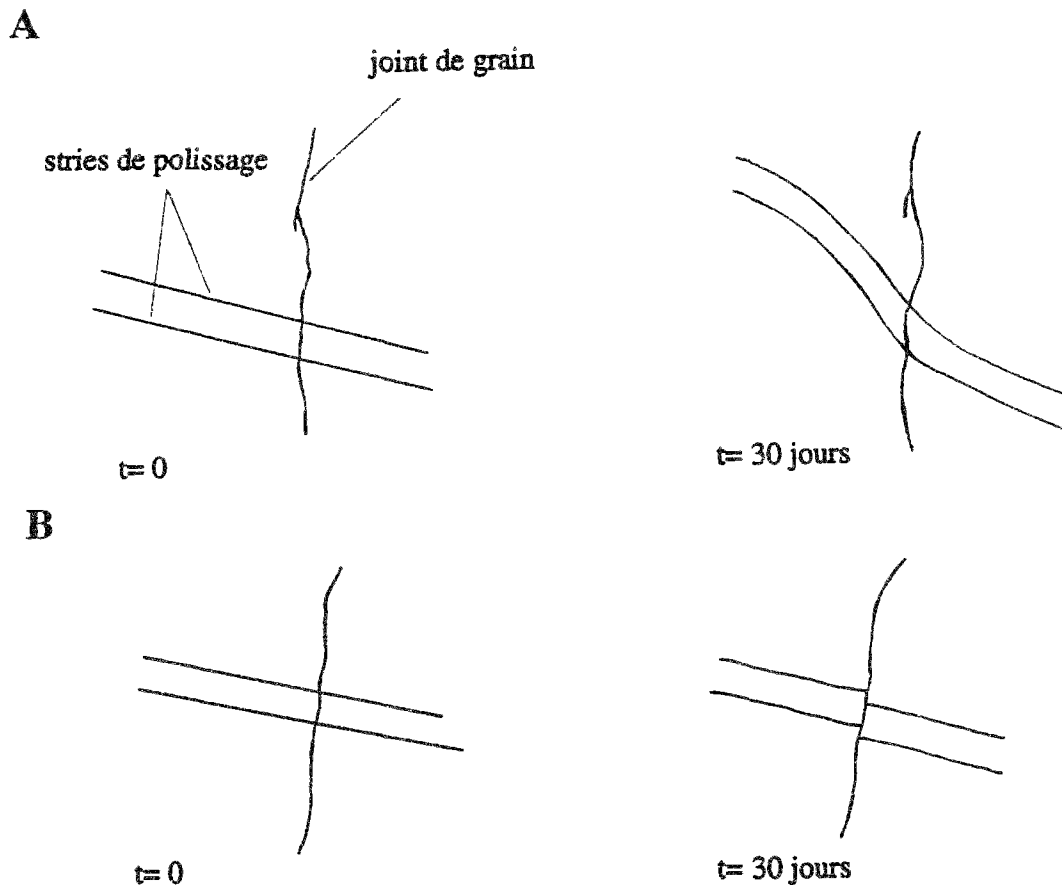


Figure 34 : Représentation schématique de la déformation en cisaillement de joints de grains sous l'influence de l'humidité. A: dans le sel laiteux (échantillon L3) le cisaillement se traduit par une déformation plastique au voisinage du joint. B: dans le sel de dôme (échantillon D1) le cisaillement se manifeste par un glissement grain sur grain au niveau du joint.

Les joints orientés parallèlement à l'axe de compression local ont tendance à s'ouvrir en raison de l'absence d'un confinement total de l'échantillon. De ce fait, ces joints deviennent plus accessibles à la vapeur d'eau qui peut venir s'adsorber voire se condenser en fonction des équilibres locaux entre halite, saumure et vapeur d'eau. Cet apport de nouvelles molécules d'eau permet une extension des surfaces de contact saumure-halite et une meilleure lubrification du joint de grains. Ceci entraîne le relâchement des contraintes concentrées dans le joint et on assiste à un glissement des deux grains parallèlement à l'axe de compression. Ce glissement continue jusqu'à ce que les deux grains butent sur un obstacle. A partir de ce moment le joint s'ouvre de nouveau et joue alors comme une fente de tension.

Ce mécanisme est rapide et apparaît dès l'augmentation du degré d'humidité relative. Il est vraisemblable que le fluage transitoire dans le sel de dôme de la mine d'Asse soit essentiellement dû à ce mécanisme dont l'ampleur va en diminuant. Il ne contribue que faiblement au fluage stationnaire. Dans le sel laiteux du Bassin Bressan la possibilité d'ouverture d'un joint de grains sous tension existe mais on n'observe que rarement un glissement grain sur grain. L'essentiel du fluage transitoire dans ce type de sel semble dû à la déformation plastique de la halite dans le voisinage immédiat des joints de grains.

En ce qui concerne les joints perpendiculaires à l'axe de compression local deux cas peuvent se présenter suivant que le joint est totalement fermé ou partiellement ouvert.

Lorsque le joint entre deux cristaux de halite est totalement fermé. L'humidité ne peut pas s'infiltrer et le joint continue à subir une compression très forte qui entraîne parfois une augmentation de la surface des jonctions solides et une diminution des surfaces de contact saumures-halite. Ce phénomène, voisin du phénomène de cicatrisation que l'on observe pour certains clivages à l'intérieur des cristaux de halite a été observé dans le sel laiteux du Bassin Bressan où il est favorisé par l'existence d'une grande surface totale de joints et par la grande interpénétration des grains.

Lorsque le joint de grains est suffisamment ouvert pour être accessible à la vapeur d'eau l'adsorption ou la condensation des molécules d'eau favorise la saturation en saumure des ouvertures existantes dans le joint. La surface des contacts saumures-halite augmente et la possibilité alors offerte pour un transfert de matière à l'état dissous permet à un processus de dissolution-cristallisation de se manifester. Ceci conduit à la microstylolitisation du joint de grains.

Ce mécanisme est lent. Ses effets sur la déformation ne se feraient probablement sentir que pendant le fluage stationnaire et essentiellement dans le sel laiteux du Bassin Bressan où la rugosité des joints et les jonctions solides entre grains voisins empêche le glissement grain sur grain. Le phénomène de microstylolitisation a été observé assez fréquemment au cours des essais dans les échantillons de sel laiteux du Bassin Bressan. Des exemples en sont fournis par les clichés photographiques des figures 35 et 36. Dans nos essais sur des échantillons de sel de dôme de la mine d'Asse ce phénomène est extrêmement rare.

Les joints parallèles ou perpendiculaires à la contrainte principale représentent des cas extrêmes et manifestent deux comportements très différents. Dans le cas général les joints sont plus ou moins inclinés par rapport à l'axe de compression local et par conséquent les deux mécanismes, lubrification-glissement et dissolution-cristallisation interviennent simultanément. Ces deux mécanismes entrent en compétition, la prédominance de l'un ou l'autre dépend de plusieurs facteurs notamment de l'orientation et de la morphologie du joint mais également de l'amplitude de la variation du degré d'humidité relative et de la vitesse de déformation.

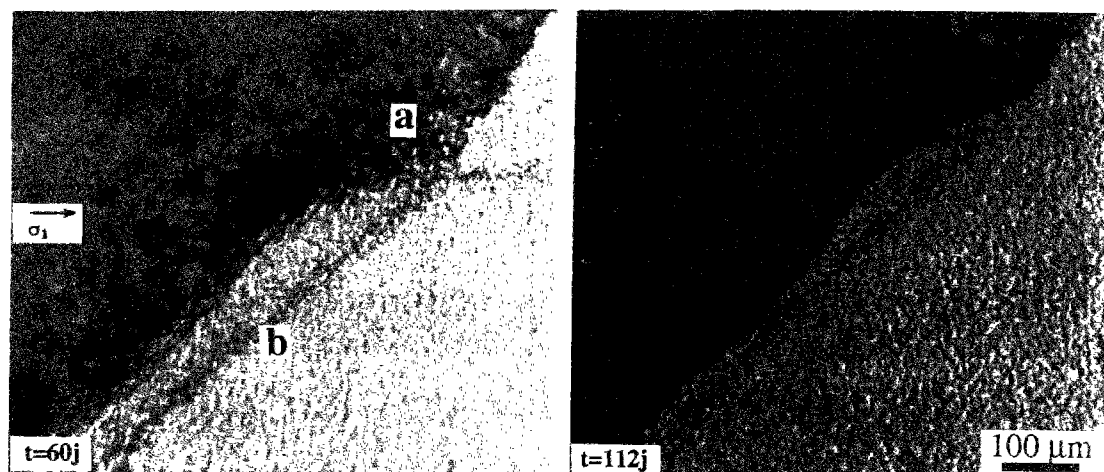


Figure 35 : Clichés photographiques montrant deux états de déformation par dissolution-cristallisation au niveau d'un joint de grain de l'échantillon L2 de sel laiteux du Bassin Bressan au cours d'un essai en microcellule en conditions humides.

a: joint de grain; b: strie de polissage

Le glissement grain sur grain est d'autant plus actif que l'angle entre le joint et l'axe de compression est faible.

Quand le joint est lisse et de bonne planéité ce qui est généralement le cas dans le sel de dôme de la mine d'Asse, le glissement grain sur grain est facilité. En revanche quand le joint est rugueux comme c'est souvent le cas dans le sel laiteux du Bassin Bressan, le glissement est plus difficile et le piégeage de l'humidité ainsi que la concentration des contraintes déclenche le mécanisme de dissolution-cristallisation.

Une augmentation importante et brutale du degré d'humidité relative favorise la lubrification et le glissement grain sur grain au niveau des joints ce qui explique que l'on obtienne un fluage transitoire d'autant plus important que l'incrément du degré d'humidité relative est fort. C'est ainsi que l'on constate que le mécanisme de dissolution-cristallisation est plus actif dans les échantillons qui se sont déformés sous un degré d'humidité relative de 55% que dans ceux déformés sous un degré d'humidité relative de 70%.

Le mécanisme de dissolution-cristallisation est un phénomène très lent dont les effets ne sont visibles que tardivement et à la condition que d'autres régimes de déformation ne perturbent pas son intervention, il est donc favorisé par une vitesse de déformation faible.

Deux cas particulier mettent bien en évidence la forte influence de la morphologie et de l'orientation d'un joint entre grains de halite sur son comportement, ce sont le cas des joints en marches d'escalier et le cas des joints intersectant de manière oblique les faces libres de la lame épaisse.

1.1.2.1. Les joints en marches d'escalier.

La structure cristalline cubique de la halite favorise parfois lors de la sédimentation ou de la diagenèse la formation de joints de grains en marches d'escalier (fig. 36 et 37). Lors de la sollicitation hygrométrique ces éléments texturaux présentent un comportement intéressant. On constate en effet que les surfaces de marches qui tendent à être perpendiculaires à l'axe de compression local subissent une forte déformation par dissolution-cristallisation tandis que celles qui tendent à être parallèles à la contrainte locale vont se décrocher et permettre le glissement puis l'écartement des deux grains de halite.

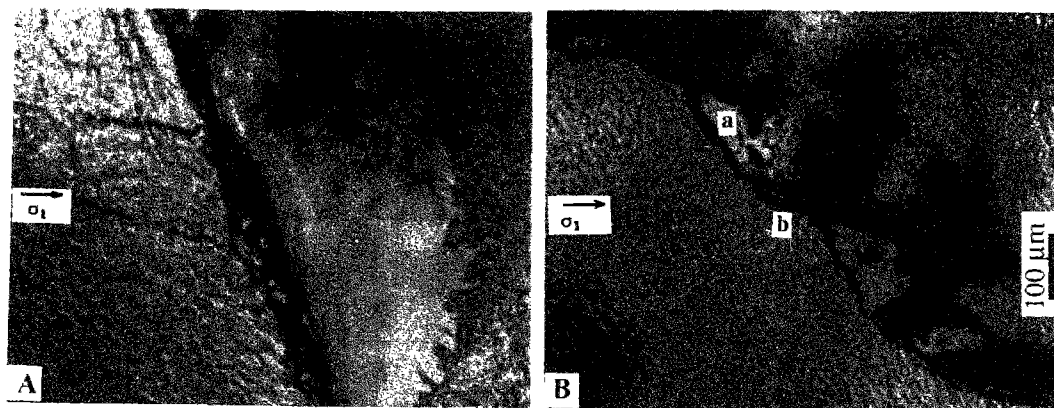


Figure 36 : Clichés photographiques mettant en évidence la microstylolitisation dans les joints de grains de l'échantillon L3 de sel laiteux du Bassin Bressan au cours d'un essai en microcellule en conditions humides.
a: microstylolites; b: ouverture en tension

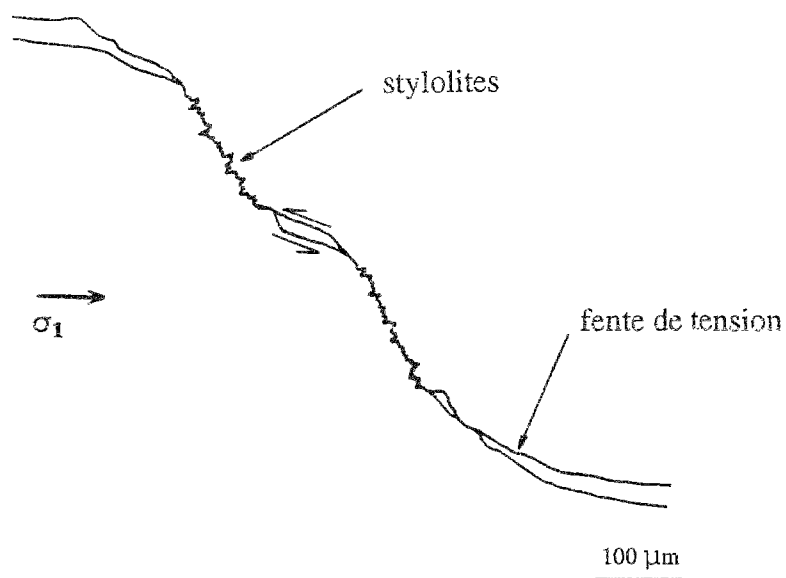


Figure 37 : Représentation schématique de la déformation d'un joint de grains en escalier dans l'échantillon L3 de sel laiteux du Bassin Bressan au cours d'un essai en conditions humides.

1.1.2.2. Les joints obliques au faces libres de la lame épaisse.

Malgré le fort taux de déformation atteint dans l'échantillon de sel laiteux L2 en fin d'essai les joints obliques aux faces libres de la lame épaisse dont un qui fait un angle de 60° avec l'axe de compression appliquée est notamment plus visible que les autres, ne montrent quasiment pas de glissement grain sur grain ni de chevauchement en bord de lame (cf fig. 23). Ceci atteste de la très grande ductilité de ce type de sel et de la bonne résistance au cisaillement de ces joints de grains.

En revanche, dans l'échantillon de sel de dôme D2 qui a été déformé dans les mêmes conditions de température, pression et humidité que l'échantillon L2, plusieurs grains se sont décollés des faces libres de la lame épaisse du fait du cisaillement des joints obliques et du glissement grain sur grain qui en a découlé (cf fig. 28). Ceci prouve une nouvelle fois que les mécanisme de lubrification des joints de grains et de glissement grain sur grain sont prédominants dans le sel de dôme.

1.2. Evolution des inclusions fluides intercrystallines.

Lors de leur carottage, de leur façonnage et pendant la phase sèche de l'essai en microcellule, les échantillons ont perdu une plus ou moins grande partie de leur contenu initial en saumures intergranulaires. L'augmentation du degré d'humidité relative lors de la deuxième phase de l'essai permet la reconstitution d'un stock de saumures à peu près équivalent à celui présent initialement dans la porosité accessible de la roche. Cette porosité est non seulement constituée d'éléments de types planaires comme les ouvertures aux joints de grains et les fissures mais également d'éléments plus complexes comme l'espace poral des phases non halitiques telles que la matrice carbonato-sulfatée dans le sel phénoblastique.

Le premier cliché photographique de la figure 38 montre l'état initial ($t = 0$) d'un joint entre deux grains de halite dans l'échantillon L4 de sel laiteux du Bassin Bressan. On observe que ce joint contient des inclusions de saumures en forme de gouttelettes et canaux couvrant moins de 30% de la surface totale du joint. Le second cliché montre l'état de ce joint après 15 jours de fluage en microcellule sous un degré élevé d'humidité relative (H.R. = 80%). On constate qu'un film presque continu de saumure s'est formé dans le joint par extension des inclusions préexistantes. Or l'absence de microstylolitisation nous amène à penser que le joint de grain n'est pas soumis à une forte compression. La formation du film n'est donc pas due à une quelconque fermeture mécanique du joint. On est amené dès lors à penser que la vapeur d'eau qui s'infiltré dans le joint en s'adsorbant ou en se condensant nourrit les gouttelettes de saumures qui s'étendent en surface puis parviennent à se toucher et à former un film quasi continu. On peut également émettre l'hypothèse qu'après un temps d'équilibre cet état de saturation deviendra assez proche de celui qui régnait in situ dans le sel gemme. On peut donc affirmer que dans un certain sens l'essai de fluage à humidité contrôlée permet la reconstitution d'un état de saturation quasi naturel des joints de grains par la saumure.

On peut calculer la quantité maximale de NaCl dissout lorsque la porosité totale de l'échantillon est saturée en saumures. Sachant que le volume totale de l'échantillon est 10 cm^3 et pour une porosité de 0,3%, le volume de saturation maximal en saumures est $0,03 \text{ cm}^3$. La solubilité du sel gemme dans l'eau est 360 g/l, il en résulte une quantité maximale de NaCl dissout d'environ 10 mg, ce qui est négligeable.

Ce phénomène de (re)constitution d'un film quasi continu de saumure a également été observé, bien que très rarement au cours de nos essais sur des échantillons de sel de dôme de la mine d'Asse. Les clichés photographiques de la figure 39 présentent plusieurs étapes de l'évolution de joints entre grains de halite dans l'échantillon D3. Après 19 jours de fluage en phase sèche, aucun changement notable n'est apparu.

C'est après l'augmentation du degré d'humidité relative de 0 à 70% que s'observent des changements qui conduisent à la constitution d'un film quasi continu de saumure dans les joints de grains (cf fig. 39 pour $t=40j$).

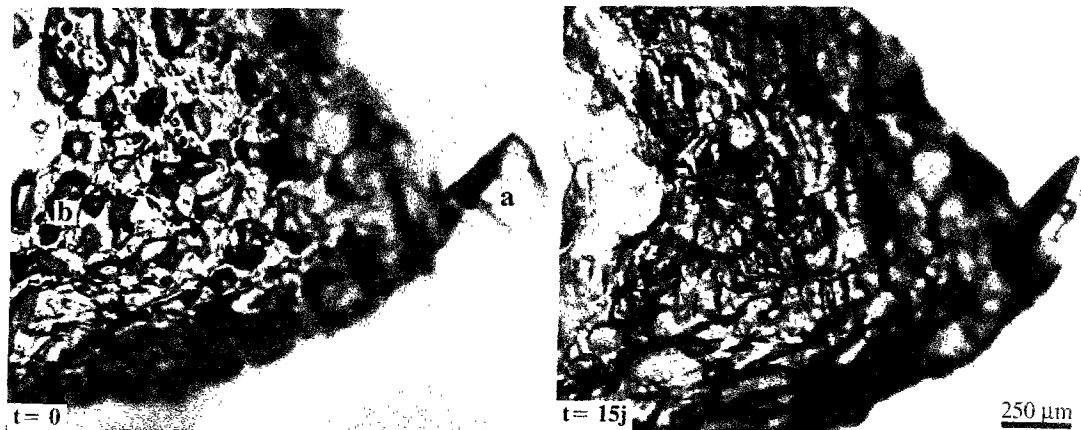


Figure 38 : Clichés photographiques montrant deux étapes dans la formation d'un film continu de saumures dans un joint de grains de l'échantillon L4 de sel laiteux du Bassin Bressan au cours d'un essai en microcellule en conditions humides. Après 15 jours de déformation dans un environnement humide à 80%, un film continu de saumures s'est constitué dans le joint à partir des inclusions inter cristallines préexistantes.

a: inclusion fluide intracristalline; b: inclusions fluides inter cristallines

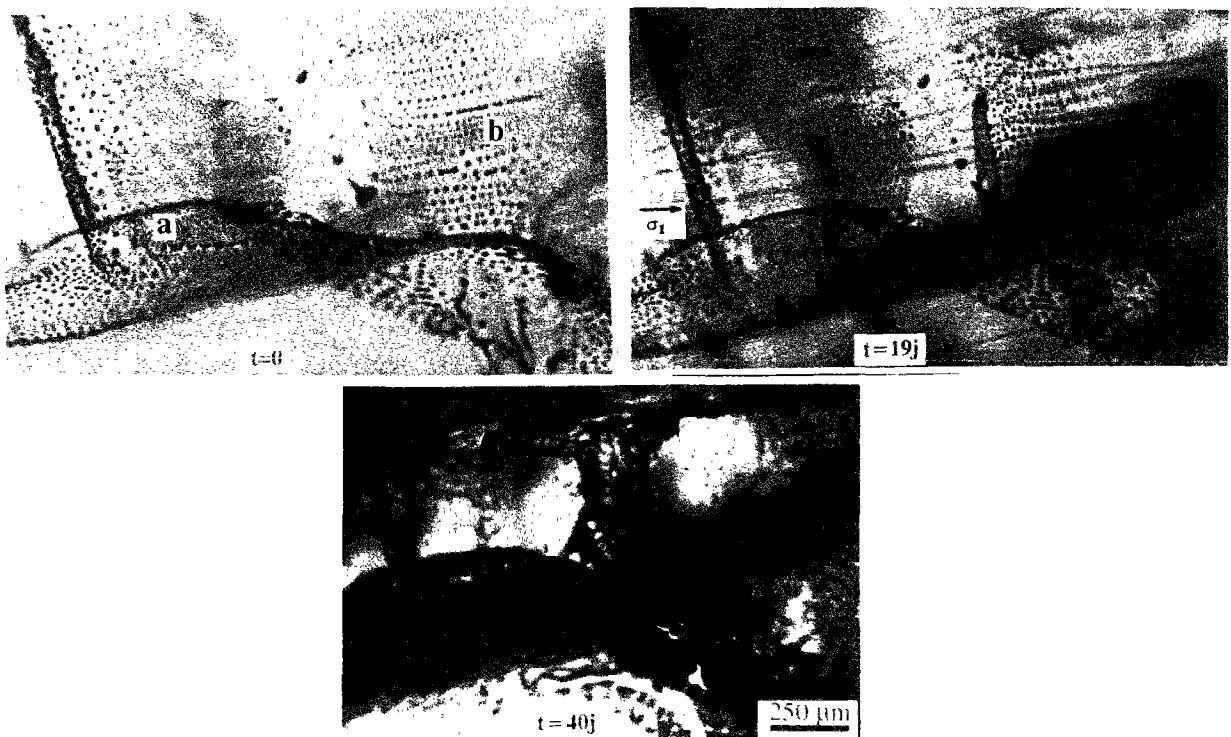


Figure 39 : Clichés photographiques montrant l'évolution de la déformation des joints de grains a et b de l'échantillon D3 de sel de dôme de la mine d'Asse au cours d'un essai en microcellule en conditions humides. Initialement (t=0) le joint a est ouvert tandis que seules les inclusions fluides permettent de voir le joint b totalement fermé. L'action de l'humidité se traduit principalement par la saturation des joints en saumures.

Cet exemple met en évidence l'impact important de l'humidité sur la déformation de sel. Elle permet dans un premier temps la saturation de l'échantillon ce qui l'amène dans un état proche de l'état in situ; ensuite la contrainte appliquée va agir permettant l'activation des mécanismes de lubrification et de dissolution-cristallisation.

La figure 40 est une représentation schématique de l'histoire d'un joint de grain idéalisé depuis son état probable in situ (schéma 1) jusqu'à son état en cours d'essai après augmentation de l'humidité (schéma 4).

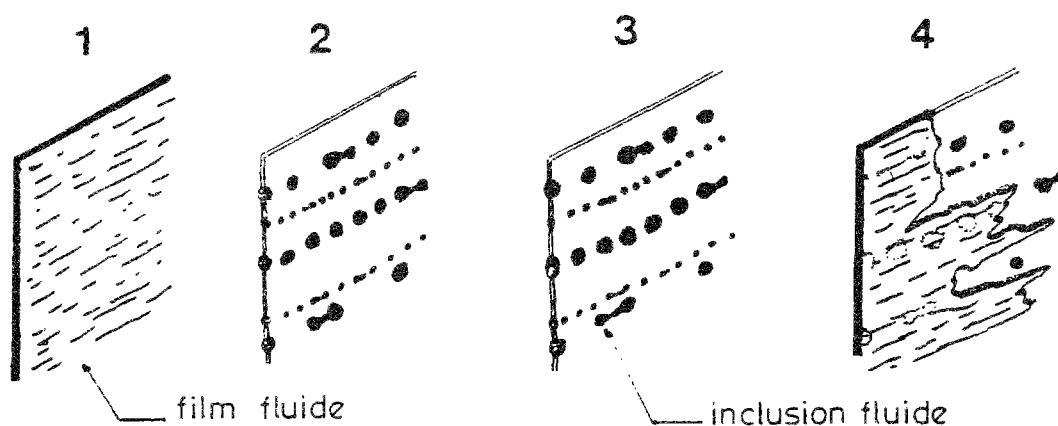


Figure 40 : Représentation schématique de l'évolution d'un joint de grains depuis l'état in situ jusqu'à la fin d'un essai en microcellule.

1: état probable in situ

2: état après foration et récupération des carottes

3: état après montée en pression en début d'essai en phase sèche

4: état en cours d'essai après montée de l'humidité

Dans le sel phénoblastique du Bassin Bressan, la vapeur d'eau s'infiltré non seulement dans les joints de grains mais aussi dans la matrice carbonato-sulfatée par l'intermédiaire de la microporosité de celle-ci et des fissures apparues dans la matrice au cours de la phase sèche de l'essai. A partir de la matrice les saumures peuvent atteindre des joints de grains et inversement.

1.3. Evolution des inclusions fluides intracristallines.

Les clichés photographiques de la figure 41 présentent l'état initial et final d'une inclusion fluide irrégulière au sein d'un phénoblaste de halite de l'échantillon P1 appartenant au lithofaciès de sel phénoblastique. On constate que l'inclusion fluide subit une modification importante qui se traduit par une complexité croissante de la forme. Les surfaces initialement grandes et convexes se transforment ainsi progressivement en petites facettes planaires. Ce phénomène résulte de la combinaison de deux mécanismes:

- le processus thermodynamique qui est directement lié à l'équilibre des interactions à l'interface cristal-saumures;

- la déformation plastique de la masse cristalline environnante qui crée des accumulations de dislocations dont la concentration locale favorise la dissolution.

Si les déformations d'origine thermodynamique dépendent uniquement de la contrainte et de la température, les déformations d'origine mécanique peuvent être sensibles à l'humidité. C'est ce qui a été observé dans le cas d'une inclusion fluide située dans le voisinage immédiat d'un joint dans un grand grain de halite visible en figure 41. En effet, sous l'action de l'humidité nous avons vu que le cisaillement au niveau du joint de grain se traduit par une déformation plastique parfois intense de la halite située dans le voisinage immédiat du joint.

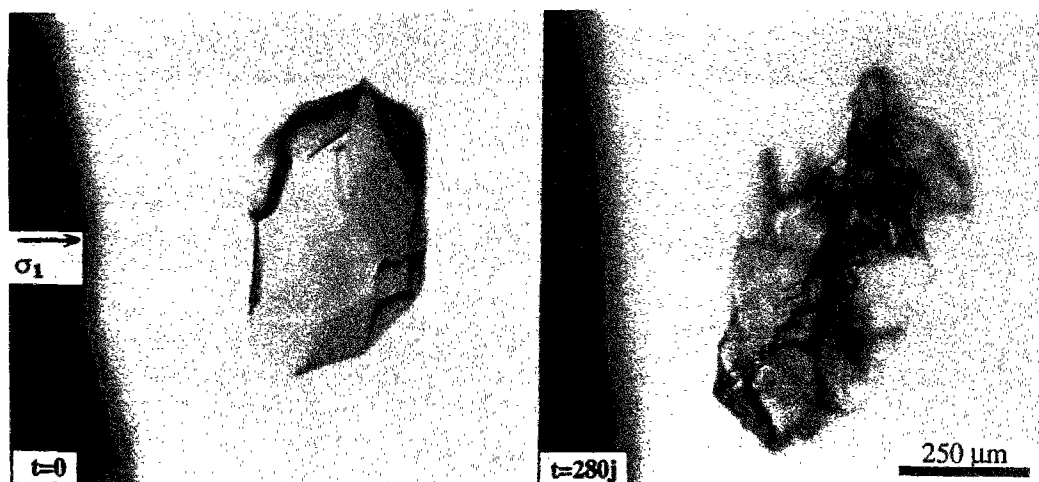


Figure 41 : Clichés photographiques montrant l'aspect avant et après essai d'une inclusion fluide dans un phénoblaste de l'échantillon P1 de sel phénoblastique du Bassin Bressan.

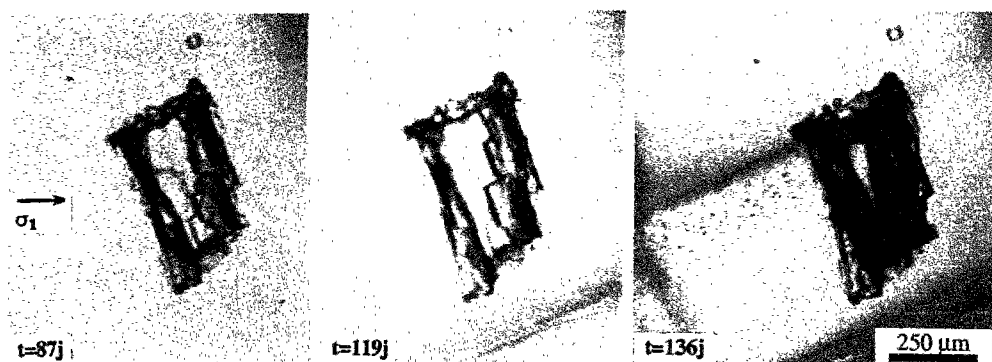


Figure 42 : Clichés photographiques montrant l'aspect d'une inclusion fluide dans un phénoblaste de l'échantillon P2 de sel phénoblastique durant la phase humide d'un essai en microcellule.

Les clichés photographiques de la figure 42 montrent plusieurs étapes de l'évolution d'une inclusion fluide au sein d'un cristal de halite de l'échantillon P2 du sel phénoblastique. Les 3 clichés ont été pris pendant la phase humide de l'essai, le degré d'humidité relative étant de 55%. On constate qu'au cours de cette phase des clivages apparaissent dans le cristal de halite. Cette déformation fragile du cristal est sans doute une conséquence des transformations profondes que subissent les phases non halitiques présentes dans l'échantillon sous l'influence de l'humidité. Dans le troisième cliché l'inclusion se vide de son contenu en saumures qui se déverse dans les clivages ouverts sous forme d'inclusions très fines.

2. Evolution des grains de halite.

La déformation des grains de halite dépend non seulement de la texture de l'échantillon mais également de la microstructure des cristaux de halite et des plages constituées de phases non halitiques. Nous examinerons donc successivement le cas des trois lithofaciès étudiés.

2.1. Sel laiteux du Bassin Bressan.

Les clichés photographiques de la figure 43 montrent plusieurs étapes de la déformation d'un grain de halite dans l'échantillon L2 de sel laiteux du Bassin Bressan. On constate que durant la phase sèche de l'essai, le grain subit une déformation plastique assez intense comme le montre l'évolution du rapport longueur/largeur de la section du grain (fig. 44) ainsi que l'évolution de l'orientation des deux inclusions intracristallines du grain par rapport à l'axe de compression. Au cours de cette phase sèche commence l'ouverture de certains joints de grains du fait de l'absence de confinement total de l'échantillon dans la microcellule.

A la fin de la phase sèche, on assiste à un ralentissement de la déformation du grain. L'augmentation du degré d'humidité relative provoque une déformation plastique transitoire brutale après quoi le grain retrouve un régime de déformation stationnaire dont la vitesse se rapproche de celle du fluage stationnaire atteint en fin de phase sèche.

Par ailleurs on constate qu'au cours de la phase humide, l'ouverture de certains joints de grains, notamment ceux qui présentent la plus faible rugosité, s'intensifie et que le glissement du grain par rapport à certains de ses grains voisins devient relativement actif. Par contre pour d'autres joints qui assurent du fait de leur rugosité, de leur non planéité ou encore de leurs richesses en jonctions solides, un meilleur contact du grain avec d'autres grains voisins la déformation s'effectue essentiellement de manière plastique dans la halite au voisinage des joints. Lorsque cette déformation s'accroît cela entraîne des modifications très visibles de la planéité des joints ainsi que des angles qu'ils forment entre eux, mais l'ensemble garde une bonne cohésion. Dans un même temps on peut penser que cette cohésion conservée dans le matériau malgré des conditions de déformation très défavorables peut être en partie attribuée à une meilleure interpénétration des grains par microstylolitisations de certains joints. En effet dans certains joints en début d'essai (cf $t=0$) on observe clairement la présence d'inclusions intercristallines en gouttelettes et canaux. Ces éléments ne sont plus visibles en fin d'essai et l'on peut penser que la reconstitution en phase humide d'un film quasi continu de saumures a permis au processus de dissolution-cristallisation et à la microstylolisation de se développer.

L'examen attentif de différents éléments, contour du grain, position des inclusions fluides intracristallines et lignes d'émergence des bandes de glissement en surface de la lame épaisse montre que la déformation du grain est hétérogène. Certaines zones du grain se déforment plus rapidement que d'autres. La multiplication d'observations de ce type montre qu'il s'agit d'un phénomène classique dans le sel laiteux du Bassin Bressan. Au sein d'un même grain de halite, les zones laiteuses sont plus ductiles que les zones limpides. En effet les inclusions fluides facilitent le réarrangement libre des atomes ce qui augmente la ductilité du sel.

L'hétérogénéité de la déformation peut être aussi due en moindre partie à la structure en sous grains que l'on connaît, bien qu'elle soit difficile à mettre en évidence, dans les cristaux de halite notamment ceux du sel laiteux. Lorsqu'un cristal de halite piège lors de sa croissance des inclusions celles-ci constituent des obstacles à la croissance du cristal et favorisent l'apparition de sous grains très stables et qui rendent moins ductiles la halite. Dans le voisinage de certains nuages d'inclusions solides (fig. 45) on a ainsi pu observer une certaine hétérogénéité dans la distribution des figures d'émergence des bandes de glissement en surface de la lame épaisse. Ce phénomène semble cependant relativement mineur dans le comportement du sel laiteux et du sel phénoblastique.

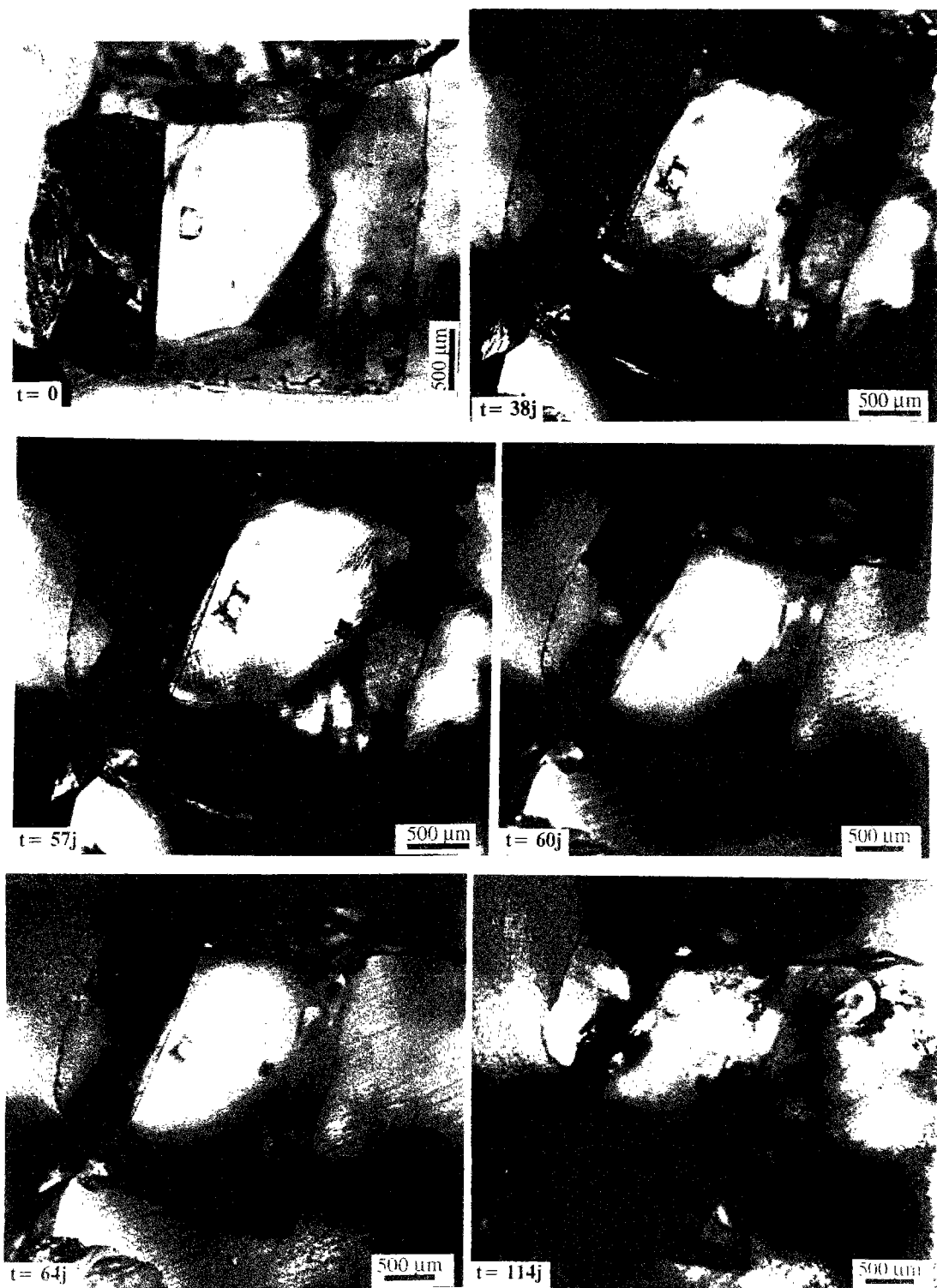


Figure 43 : Clichés photographiques montrant plusieurs étapes de la déformation d'un grain de halite de l'échantillon L2 du Bassin Bressan lors des phases sèche puis humide d'un essai en microcellule. Sous l'action de l'humidité (55%) imposée à partir de 59j l'ouverture des joints déjà ouverts s'accroît tandis qu'une déformation plastique intense se développe dans les voisinages des autres joints dont la rugosité empêche les glissements grain sur grain.

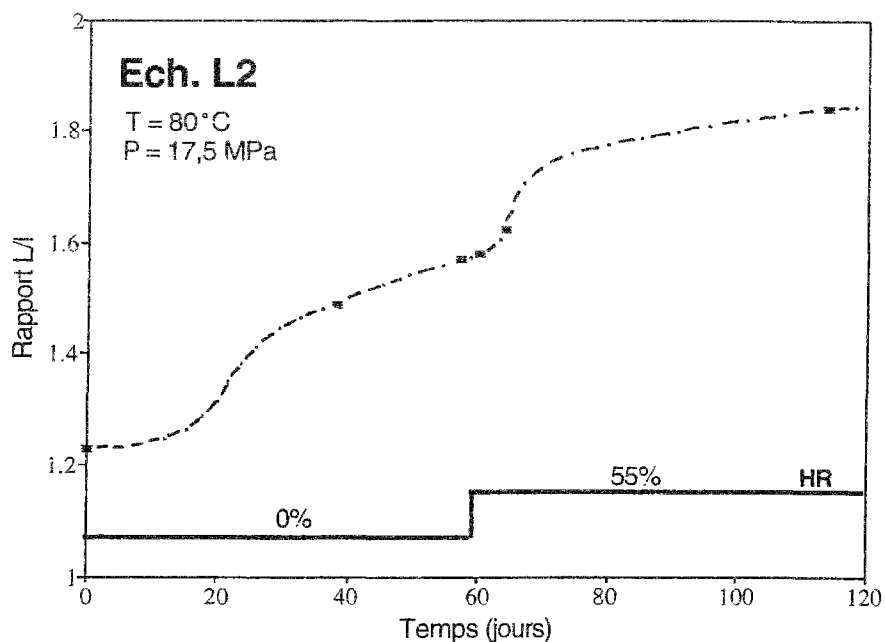


Figure 44 : Courbe d'évolution du rapport longueur/largeur en surface du grain de halite de la figure 43 lors d'un essai de fluage en microcellule.
HR: degré d'humidité relative

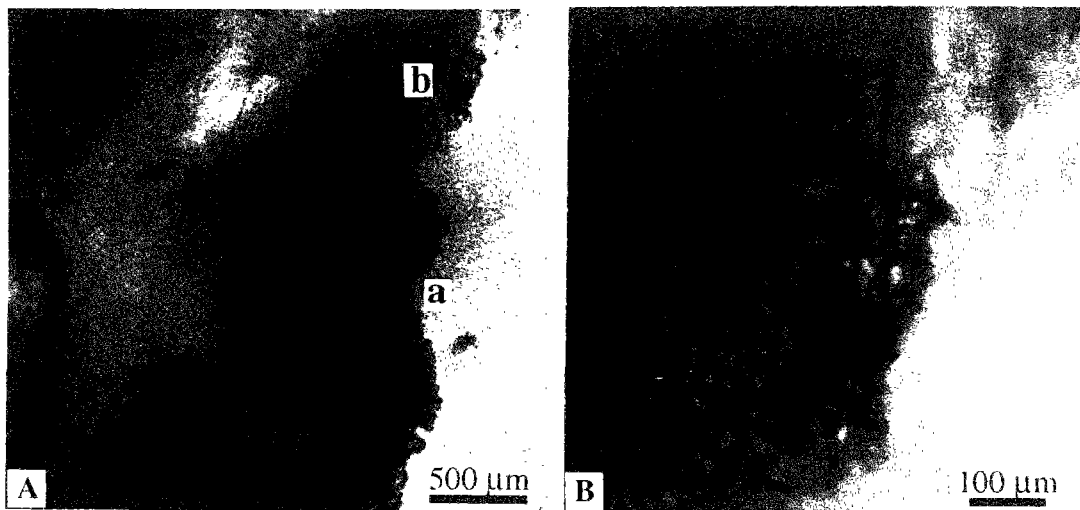


Figure 45 : Clichés photographiques montrant l'évolution d'un nuage d'inclusions solides dans un grain de halite de l'échantillon L2 de sel laiteux du Bassin Bressan (A. vue d'ensemble; B. vue de détail de la zone b).
a: nuage d'inclusions solides dans un joint de sous grain
b: zone à anhydrite partiellement hydratée en gypse

2.2. Sel de dôme de la mine d'Asse.

Les clichés photographiques de la figure 46 présentent plusieurs étapes de l'évolution de la déformation d'un grain de halite de forme trapézoïdale dans l'échantillon D3 de sel de dôme de la mine d'Asse. On constate que la déformation en phase sèche n'altère pas de manière significative le grain. Dès l'augmentation du degré d'humidité relative des transformations vont avoir lieu. La lubrification et le glissement grain sur grain très actifs, conduisent au détachement presque total du grain des grains voisins. Nous avons déjà indiqué que ces mécanismes se développent plus facilement dans le sel de la mine d'Asse que dans le sel laiteux du Bassin Bressan en raison d'une morphologie des joints de grains moins bosselée et moins rugueuse qui leur confère une moindre résistance au cisaillement.

La courbe de la figure 47 présente l'évolution au cours d'un essai en microcellule du rapport entre les longueurs des deux diagonales du grain de halite de la figure 46. Elle montre que la déformation plastique du grain de halite, très faible pendant la phase sèche de l'essai, s'accroît brusquement après l'augmentation du degré d'humidité relative puis fléchit et évolue de nouveau à une vitesse très faible. Les observations de détail, notamment celles des figures d'émergence des bandes de glissement en surface de la lame épaisse montrent que la déformation à l'intérieur du grain est beaucoup plus homogène que ce qui est observé dans le cas du sel laiteux.

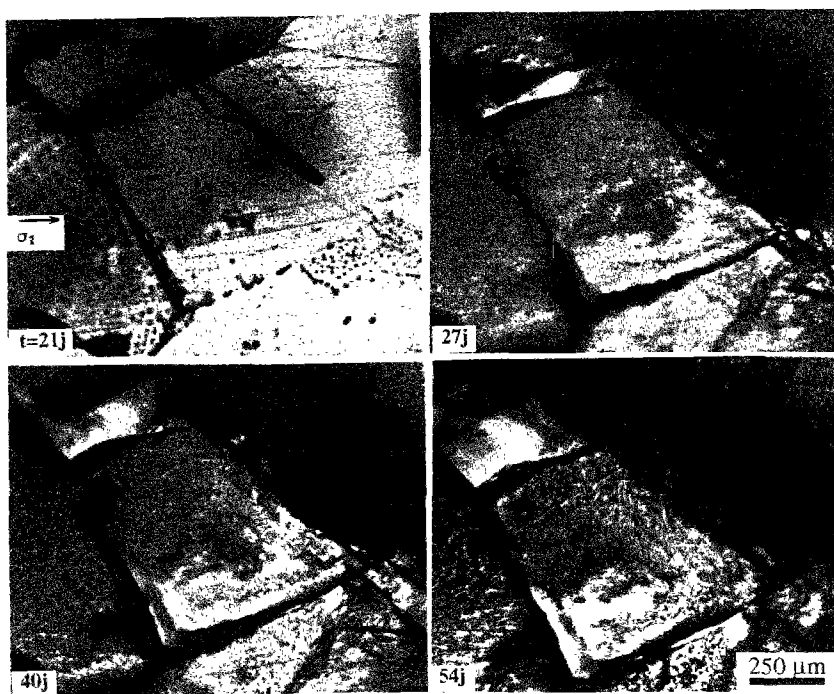


Figure 46 : Clichés photographiques représentant quelques étapes de la déformation d'un grain de halite de l'échantillon D3 du sel de dôme de la mine d'Asse en phases sèche puis humide d'un essai en microcellule. Dès l'augmentation du taux d'humidité de 0% à 70% au 25^{ème} jour la lubrification et le glissement grain sur grain sont très actifs conduisant au détachement presque total du grain des grains voisins.

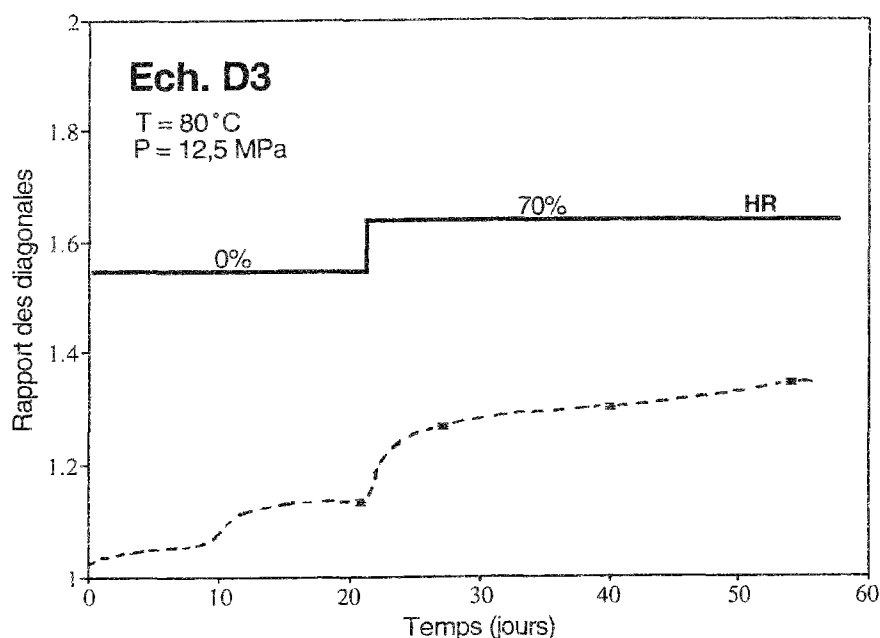


Figure 47 : Courbe d'évolution du rapport des deux diagonales de la section du grain de halite de la figure 46 lors d'un essai de fluage en microcellule.

HR: degré d'humidité relative

2.3. Sel phénoblastique du Bassin Bressan.

Les deux clichés photographiques de la figure 48 illustrent l'influence de l'humidité sur la déformation d'un grain de halite ou phénoblaste dans l'échantillon P2 du sel phénoblastique du Bassin Bressan.

Le premier cliché montre l'état du phénoblaste après 82 jours de déformation en phase sèche. On constate que l'augmentation du degré d'humidité relative entraîne l'apparition de clivages dans le cristal. Ces clivages sont certainement une conséquence des transformations que subissent les phases non halitiques, matrice carbonato-sulfatée et nodules, sous influence de l'humidité. Il s'agit essentiellement de la fissuration des plages carbonato-sulfatées et du gonflement qui accompagne l'hydratation de l'anhydrite en gypse. Les courbures que l'on constate dans les clivages attestent d'une déformation plastique hétérogène du grain postérieurement à l'apparition des clivages.

3. Déformation des plages polycristallines de halite.

Les résultats de l'étude de la déformation à l'échelle du grain de halite ne sont pas suffisants pour expliquer la déformation totale de l'échantillon. Si on considère un ensemble de grains de halite (polycristal) ayant a priori les mêmes microstructure et nature des contacts, le rôle d'autres paramètres texturaux est également à prendre en considération.

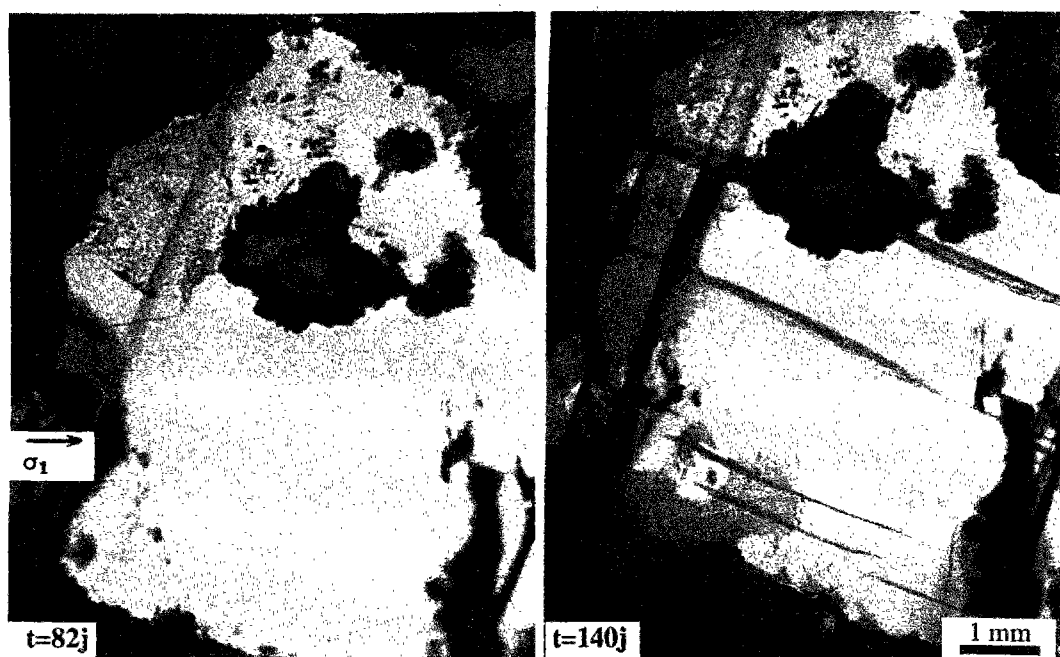


Figure 48 : Clichés photographiques montrant deux étapes de la déformation d'un phénoblaste de halite de l'échantillon P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan pendant la phase humide de l'essai en microcellule. Sous l'action de l'humidité (55 %) des clivages apparaissent dans le grain de halite; la courbure de ces clivages attestent d'une déformation plastique postérieure de la halite.

Ces paramètres texturaux servent à caractériser l'arrangement spatial d'un ensemble de grains de halite. On peut notamment citer:

- la granulométrie (taille et classement des grains);
- la morphologie des grains;
- la distribution des orientations cristallines.

On distingue trois types de textures dans nos échantillons de sel gemme à faible teneur en minéraux non halitiques (fig. 49 et 50). Une description de chaque texture et de sa réponse à la déformation de l'échantillon à l'échelle des plages polycristallines a été effectuée.

3.1. La texture du sel laiteux.

Cette texture est observée dans la zone laiteuse des échantillons L1 et L2 (fig. 49A et 50A). Elle se caractérise par la présence de grains de halite essentiellement xénomorphes dont les joints sont bien individualisés et de taille variable comprise entre quelques millimètres et 15 mm. Malgré cette variabilité de taille les grains sont localement relativement bien classés. Les grains de tailles comparables ont tendance à se regrouper. Au cœur des grains de halite se concentrent les inclusions fluides tandis que les bordures des grains sont formées par de la halite limpide de recristallisation. Les inclusions fluides sont disposées suivant des figures de chevrons dont les axes ont approximativement la même orientation sur l'ensemble des grains ce qui confère à ce type de sel une anisotropie d'orientation cristalline importante.

Ces éléments de texture conditionnent la déformation des plages polycristallines. En effet le bon classement des grains et l'anisotropie cristalline entraînent une bonne accommodation de la déformation entre grains de halite ce qui explique que les mécanismes plastiques l'emportent sur les mécanismes fragiles dans la déformation au niveau des contacts entre grains de halite.

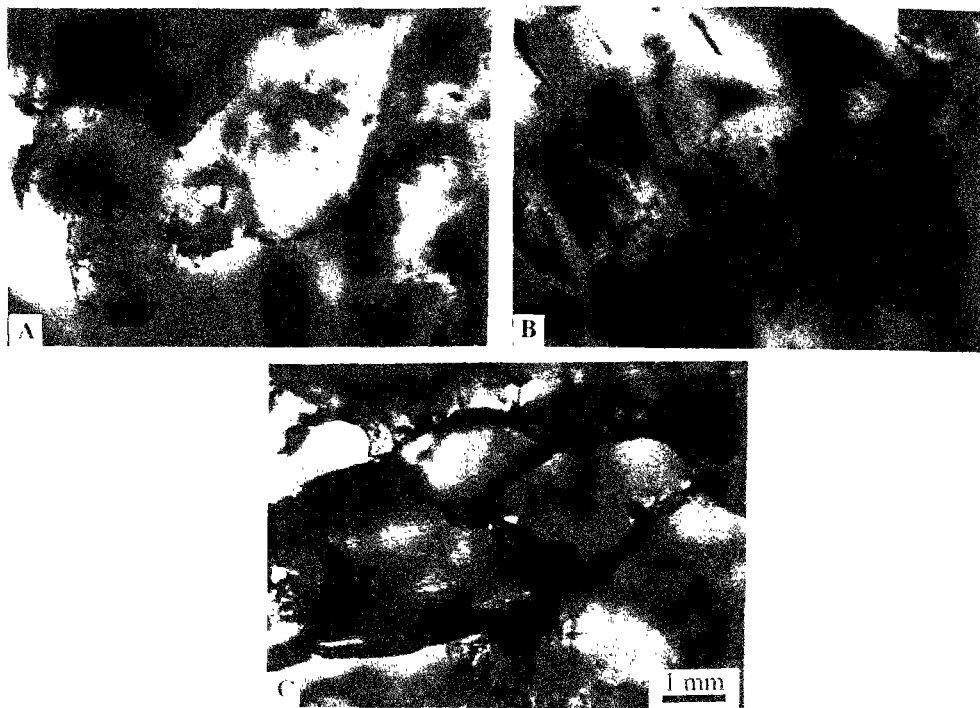


Figure 49 : Clichés photographiques montrant trois types de textures observés dans les échantillons de sel gemme pur (voir fig. 50).

A. sel laiteux du Bassin Bressan
B. sel hyperlaiteux du Bassin bressan
C. sel de dôme de la mine d'Asse

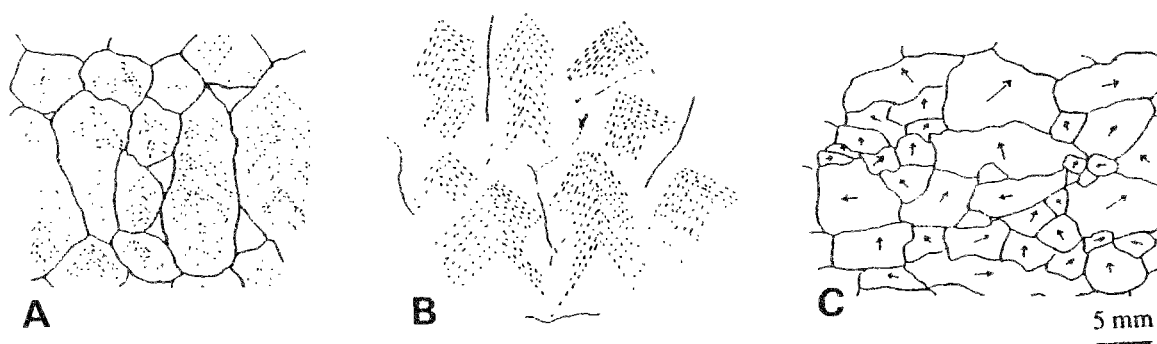


Figure 50 : Représentation schématique des trois types de texture observés dans les échantillons de sel gemme pur. A: sel laiteux montrant une texture à grains bien individualisés riches en inclusions fluides disposées en chevrons qui attestent d'une anisotropie cristalline. B: texture de sel hyperlaiteux caractérisée par les contacts flous entre grains et par une anisotropie cristalline prononcée. C: texture du sel de dôme à grains de halite pure montrant une anisotropie morphologique sans aucune orientation cristalline préférentielle.

3.2. La texture du sel hyperlaiteux.

Le sel hyperlaiteux du Bassin Bressan est un sel primaire n'ayant subi que peu de phénomènes diagénétiques (dissolution et recristallisation). C'est ce qui explique la prédominance de la halite laiteuse qui est la matière originelle du dépôt. L'échantillon L3 peut être classé dans cette catégorie de sel gemme (fig. 49B et 50B). On constate que les nuages d'inclusions fluides occupent plus de 60% en volume de la roche et se présentent en structures "en chevrons". Les axes des chevrons sont approximativement alignés suivant une même direction d'où l'anisotropie d'orientation cristalline prononcée de ce faciès. Les contacts entre grains de halite sont flous en raison de l'extension de la surface d'ancrage au niveau des joints entre grains de halite.

La prédominance et la distribution homogène de la halite laiteuse dans ce faciès expliquent l'homogénéité de sa déformation et sa forte ductilité. Par ailleurs l'absence de joints de grains bien individualisés entraîne la prédominance des mécanismes plastiques dans la déformation. La fissuration et l'ouverture des joints de grains sont principalement localisées au niveau des limites entre polycristaux.

3.3. la texture du sel de dôme.

Cette texture caractéristique du sel recristallisé de dôme est observée dans les échantillon D2 et D3 (fig. 49C et 50C). Elle se manifeste par la présence de grains subautomorphes de taille très variable de 1 mm à 10 mm avec une moyenne comprise entre 3 et 5 mm. La granulométrie montre un mauvais classement des grains de halite. En ce qui concerne l'orientation cristalline, elle diffère d'un grain à l'autre et en tous cas dans nos échantillons aucune orientation cristallographique préférentielle n'est observée. En revanche, la distribution des formes des grains montre une anisotropie morphologique des grains suivant une direction préférentielle. Dans l'essai réalisé sur l'échantillon D2, c'est suivant cette direction qu'est appliquée la contrainte axiale.

Ces caractéristiques texturales viennent s'ajouter aux autres éléments intervenant à l'échelle des grains individuels pour expliquer la prédominance des mécanismes fragiles dans la déformation des échantillons de sel de dôme. En effet le mauvais classement des grains ainsi que leur tendance à avoir des formes géométriques où les faces de cube dominant, accentuent le développement de la fissuration et l'ouverture des joints de grains déjà favorisé par la faible ductilité des cristaux, la planéité des joints et la présence des inclusions solides non halitiques. Ce mécanisme est particulièrement actif quand la contrainte axiale est parallèle à la direction d'allongement des grains de halite ce qui est le cas dans l'échantillon D2.

4. Comportement des phases non halitiques.

Les phases non halitiques que l'on trouve dans le sel phénoblastique du Bassin Bressan sont essentiellement présentes à l'intérieur des plages de matrice carbonato-sulfatée et dans les nodules d'anhydrite. Plus rarement on observe d'autres types de phases: plages de matrice argilo-carbonato-sulfatée, concrétions algaires, silice, célestine, pyrite, etc. On distingue pour la matrice carbonatosulfatée deux types qui diffèrent par leur microstructure et par leur mode de déformation en atmosphère sèche et humide: la matrice carbonato-sulfatée microporeuse en plages bien individualisées et la matrice carbonatosulfatée en plages à contours diffus et à halite d'imprégnation.

4.1. Cas de la matrice carbonatosulfatée microporeuse en plages bien individualisées.

Dans les échantillons P1 et P2 la phase non halitique est composée de trois éléments (fig. 51):

- la matrice carbonato-sulfatée (repère b) composée d'un mélange d'éléments calcitiques (pellets et micrite) et d'éléments anhydritiques (baguettes et micronodules);
- les nodules d'anhydrite (repère a);
- les concrétions algaires riches en anhydrite (repère c).

Les deux types de matrice se rencontrent dans les deux échantillons étudiés. Cependant dans P2 c'est la matrice carbonato-sulfatée microporeuse en plages bien individualisées qui domine alors que dans P1 il s'agit plutôt de la matrice carbonato-sulfatée en plages à contours diffus et à halite d'imprégnation.

Lors de la phase sèche de l'essai la matrice carbonatosulfatée microporeuse en plages bien individualisées subit une déformation de type fragile qui se manifeste par une fissuration d'autant plus importante que la contrainte appliquée est grande et les plages de matrice étendues. Le premier cliché de la figure 51 montre l'état d'une plage de matrice de ce type dans l'échantillon P1 après 200 jours de déformation en phase sèche.

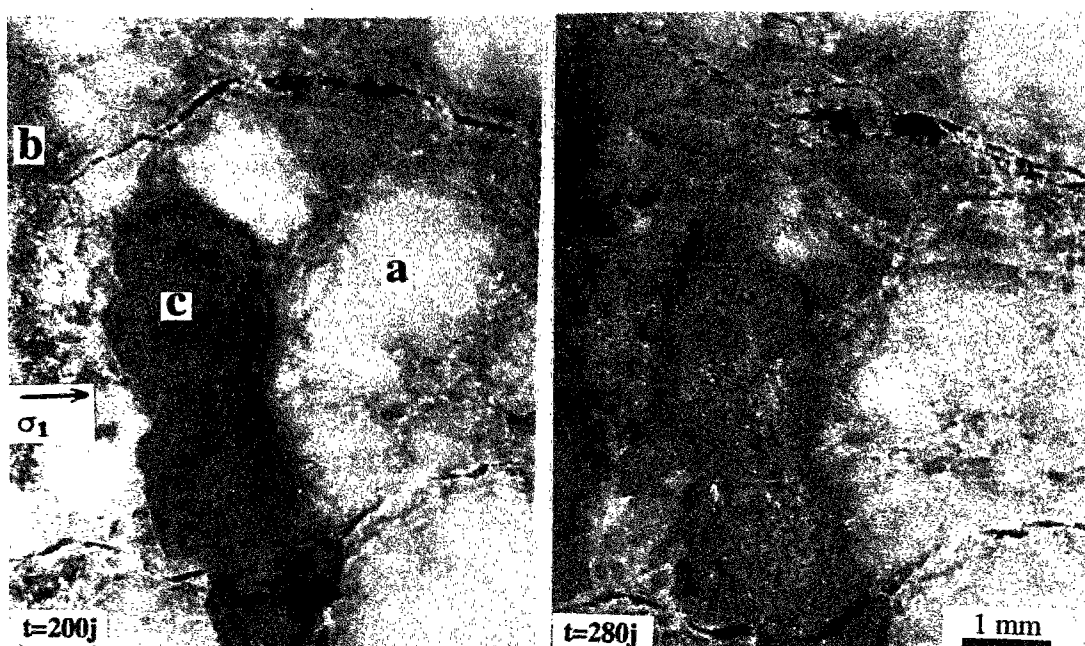


Figure 51 : Clichés photographiques montrant la déformation sous l'influence de l'humidité d'une zone à dominante non halitique dans l'échantillon P1 de sel phénoblastique du Bassin Bressan lors d'un essai de fluage en microcellule. La dégradation considérable de la matrice carbonatosulfatée est due à l'hydratation partielle de l'anhydrite en gypse.

a: nodule d'anhydrite; b: matrice carbonatosulfatée; c: concrétion algaire

La fissuration de la matrice crée une porosité importante qui s'ajoute à la microporosité naturelle de cette phase. Celle-ci, par conséquent, devient très accessible à l'humidité. On constate que l'augmentation du degré d'humidité relative entraîne une dégradation très importante et très rapide de la matrice qui se manifeste par un blanchiment, un effritement et une perte parfois totale de la cohésion surtout au niveau des zones fissurées. Cette dégradation considérable s'explique par l'hydratation partielle de l'anhydrite en gypse. Cette réaction s'accompagne d'un gonflement important qui résulte de la différence considérable entre la masse volumique du gypse formé ($2,32 \text{ g.cm}^{-3}$) et celle de l'anhydrite disparue ($2,98 \text{ g.cm}^{-3}$).

Le cliché photographique de la figure 52 montre l'aspect de cristaux de gypse très fins formés par hydratation d'anhydrite dans une fissure qu'ils ont partiellement remplis.

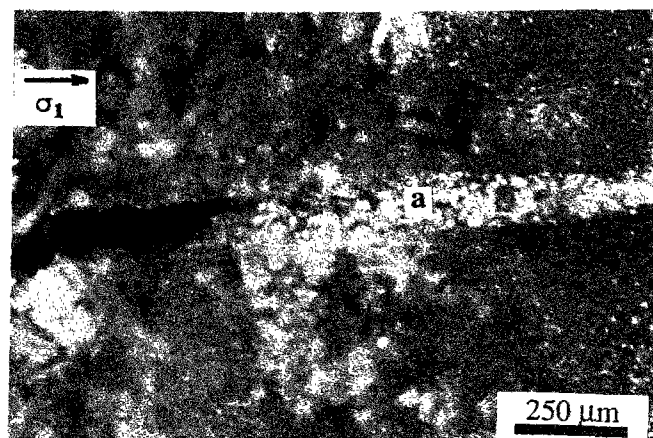


Figure 52 : Clichés photographiques mettant en évidence la formation de cristaux de gypse le long de la fissure (a) dans une zone de matrice carbonatosulfatée imprégnée par la halite de l'échantillon P1 de sel phénoblastique du bassin Bressan.

Afin de mettre en évidence l'existence du gypse dans les échantillons de sel phénoblastique ayant subi une sollicitation hygrothermomécanique, des fragments de phase non halitique ont été prélevés dans l'échantillon P2 après essai et ont fait l'objet, après élimination de tous les nodules d'anhydrite observables à l'oeil nu, d'une analyse par diffraction des rayons X.

Le diffractogramme de rayons X obtenu montre l'existence du gypse (fig. 53). Ceci indique qu'une petite partie de l'anhydrite s'est hydratée en gypse au cours de la phase humide lors de l'essai. Il est vraisemblable qu'une température forte mais néanmoins inférieure à la température de déshydratation du gypse en atmosphère humide (T voisine de 120°C) augmente la vitesse de la transformation, ceci est bien en accord avec l'observation de trichites de gypse très allongés qui témoignent d'une croissance cristalline très rapide.

4.2. Cas de la matrice carbonato-sulfatée en plages à contours diffus et à halite d'imprégnation.

On désigne par ce nom la matrice carbonato-sulfatée dont le bord des plages s'enrichit progressivement en halite (dite "d'imprégnation") syntaxique des phénoblastes proches.

La porosité naturelle de ce type de matrice étant quasiment nulle la vapeur d'eau ne peut y pénétrer que si une intense microfissuration se développe. Or du fait de la présence de la halite d'imprégnation entre les particules d'anhydrite et de calcite ce type de matrice a un comportement plutôt ductile. On comprend donc aisément que l'on observe pas de dégradation notable de ce type de matrice au cours de nos essais.

Un cas de figure qui se rattache assez directement à ce type de matrice est celui des inclusions solides isolées ou en nuages. Il s'agit essentiellement de cristaux automorphes d'anhydrite en baguettes que l'on rencontre au sein de cristaux de halite ou dans des joints de grains (notamment dans le sel de dôme de la mine d'Asse).

Les clichés photographiques de la figure 54 prises à la surface de la lame épaisse montrent un exemple de formation de trichites de gypse en surface de baguettes d'anhydrite sous l'action de l'humidité au cours de l'essai en microcellule sur l'échantillon D3.

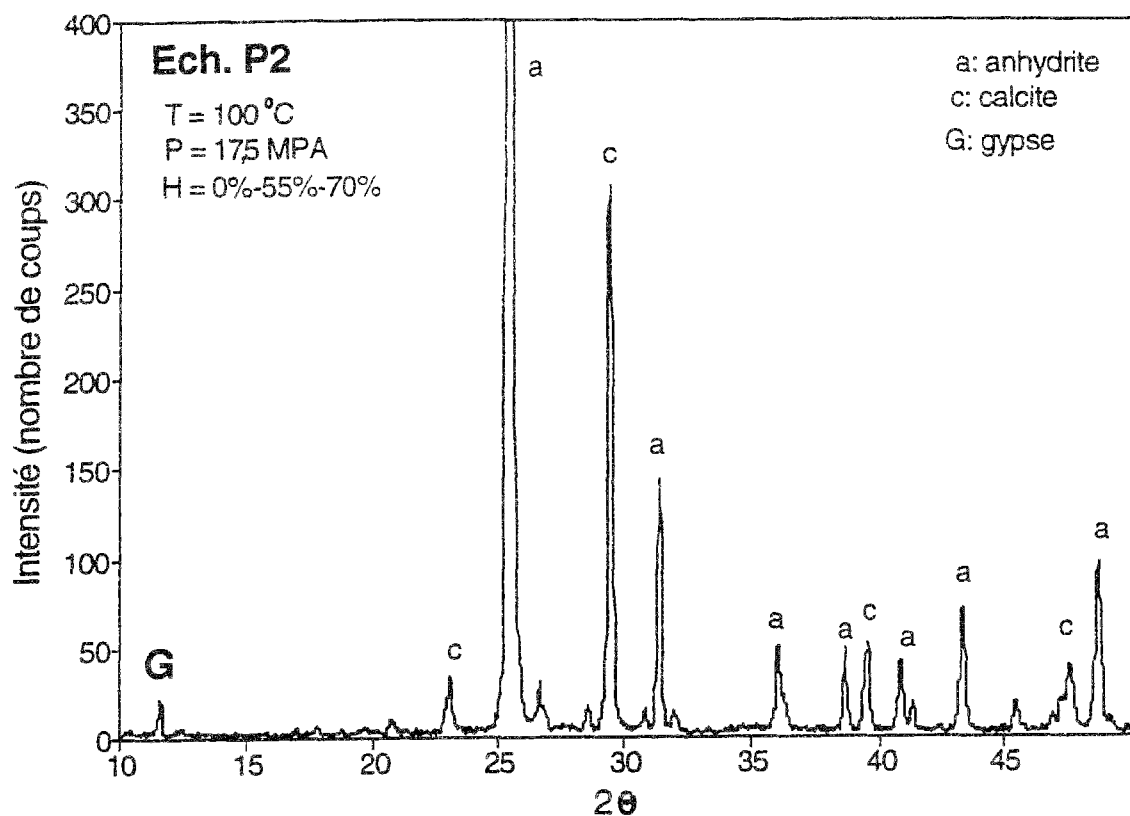


Figure 53 : Diffractogramme des rayons X obtenu par analyse du résidu de dissolution à l'eau de l'échantillon P2 de sel phénoblastique du Bassin Bressan. Mise en évidence de l'existence de gypse.

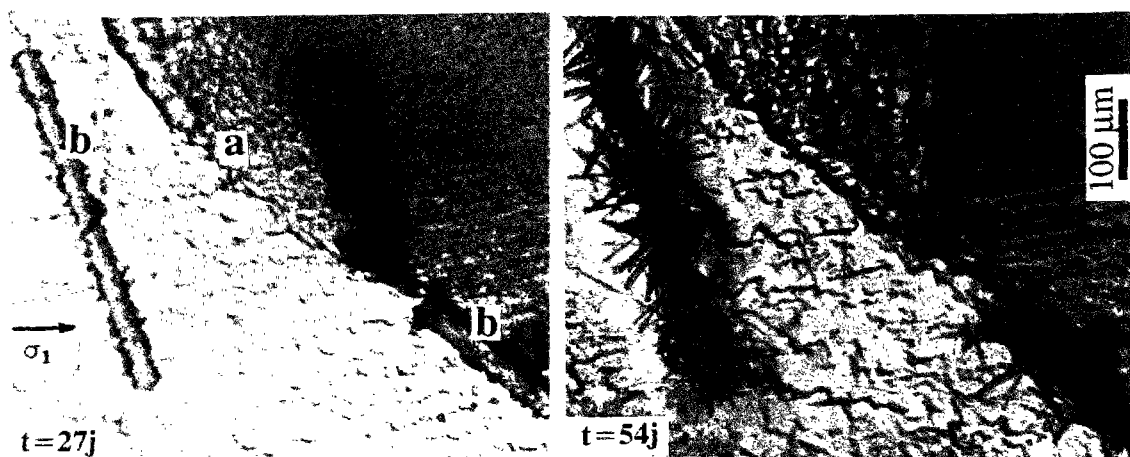


Figure 54 : Clichés photographiques montrant l'évolution sous l'influence de l'humidité de baguettes d'anhydrite en surface de l'échantillon D3 de sel de dôme de la mine d'Asse au cours d'un essai en microcellule. Les baguettes d'anhydrite se transforment partiellement en gypse.
 a: joint entre grains de halite; b: baguette d'anhydrite

Les deux baguettes d'anhydrite sont en surface de la lame épaisse. Elles peuvent donc être en contact avec la vapeur d'eau durant la phase humide de l'essai et la réaction d'hydratation de l'anhydrite en gypse peut se faire. On peut se demander si dans le sel de dôme riche en inclusions solides localisées aux joints de grains l'hydratation de l'anhydrite en gypse, par le gonflement important qui l'accompagne ne serait pas susceptible de favoriser l'ouverture des joints et d'accélérer la déformation de ce type de sel ou au contraire contribuer à un meilleur remplissage de l'espace poreux sans faire éclater les joints de grains si les contraintes de compression dépassent la pression de gonflement.

On sait que des phases solides non halitiques peuvent être observées dans certaines inclusions fluides intracrystallines (Chemin 1990). Un tel exemple observé dans l'échantillon P1 est présenté en figure 55B.

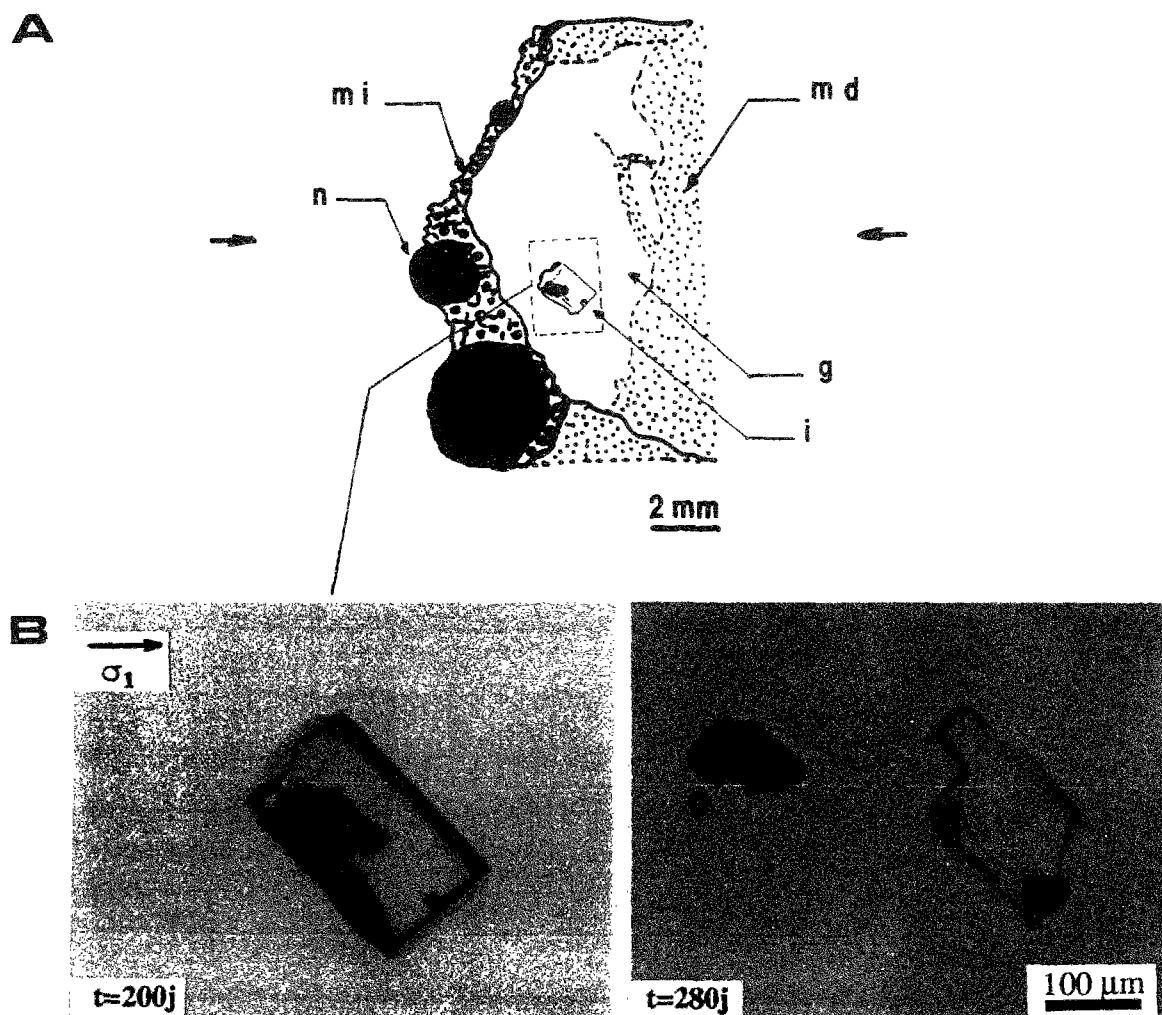


Figure 55 : Mise en évidence de la migration d'une inclusion fluide intracrystalline du fait d'un gradient de contrainte. A: sous l'action de l'humidité les contraintes se concentrent essentiellement au niveau de la matrice microporeuse individualisée à gauche du grain de halite ce qui conduit à l'établissement d'un gradient de contrainte qui est à l'origine de la migration de l'inclusion fluide *i* vers la zone de faible compression à droite. B: de 200j à 280j sous un taux d'humidité relative de 55% l'inclusion fluide a migré laissant en place la petite inclusion solide qu'elle contenait initialement.

mi: matrice carbonatosulfatée microporeuse bien individualisée

md: matrice carbonatosulfatée diffuse à halite d'imprégnation

g: grain de halite; *n:* nodule d'anhydrite

i: inclusion fluide en migration (l'inclusion n'est pas à l'échelle. voir 55B)

Au cours de la phase humide de l'essai et bien que celui-ci ait eu lieu en absence de gradient thermique on a pu observer la migration d'une inclusion fluide au sein du cristal de halite hôte (fig. 55A). Les phases non halitiques qui étaient initialement contenues en presque totalité à l'intérieur de l'inclusion fluide sont restées quasiment sur place alors que l'inclusion s'est déplacée en changeant légèrement de forme pour s'adapter à la diminution de volume due à la séparation des phases solides. Pour tenter d'expliquer ce curieux phénomène il faut décrire l'environnement de l'inclusion. Les limites du grain visibles à gauche du cliché photographique sont bordées d'un liseré microporeux bien individualisé de matrice carbonato-sulfatée contenant des nodules d'anhydrite. A droite du cliché photographique le cristal de halite est bordé par une zone de matrice à contours diffus noyée dans la halite.

Suite à l'augmentation du degré d'humidité relative, le liseré microporeux de matrice, situé à gauche du grain sur le cliché photographique, est soumis à l'action de la vapeur d'eau, il en résulte une hydratation partielle de l'anhydrite en gypse et une microfissuration importante. La déformation dans cette zone est forte. Il en résulte une plus forte concentration des contraintes dans la partie du grain de halite proche. A l'intérieur du grain de halite un gradient de contraintes s'établit donc. On peut émettre l'hypothèse que c'est ce gradient qui est à l'origine de la migration de l'inclusion vers la zone de plus faible compression du grain de halite.

4.3. Réaction de l'hydrolyse de la halite.

Lors des essais de fluage sur les deux échantillons de sel phénoblastique, il a été constaté pendant la phase humide des essais, que la rouille se formait sur la microcellule au niveau des contacts avec l'échantillon sans que l'on ait pu y mettre en évidence aucun film de saumure. Ce phénomène de corrosion qui n'est observée que pendant la phase humide de l'essai est attribué à l'hydrolyse de la halite par la vapeur d'eau sous l'action de la température. Cette réaction se traduit par la libération du gaz chlorhydrique qui semble être à l'origine de la corrosion observée. Ce phénomène n'a été observé que de façon mineure lors des essais sur les échantillons de sel gemme pur (sel laiteux et sel de dôme). Il semble que dans le cas du sel phénoblastique l'hydrolyse de la halite soit nettement accélérée par la présence des minéraux non halitiques (calcite, silice, anhydrite..).

5. Conclusion

L'étude détaillée de l'évolution des marqueurs texturaux et microstructuraux à l'échelle granulaire a permis de mieux comprendre la déformation des grains de halite dans les différents types de sel gemme: sel laiteux et phénoblastique du Bassin Bressan et sel de dôme de la mine d'Asse.

L'hétérogénéité des faciès de sel gemme à faible teneur en minéraux non halitiques a conduit à considérer la déformation des échantillons à l'échelle polycristalline. En effet des paramètres texturaux tels que la dimension, le classement, la morphologie des grains de halite et l'anisotropie cristalline de l'échantillon s'avèrent conditionner fortement la déformation à cette échelle.

L'influence de la phase non halitique est primordiale aussi bien à l'échelle des inclusions solides dans le sel de dôme d'Asse qu'à celui des plages de matrice carbonato-sulfatées dans le sel phénoblastique du Bassin Bressan.

Chapitre 5

Etude de la thermomigration des inclusions fluides au cours d'un essai en humidité imposée

1. Introduction.

La thermomigration des inclusions fluides dans le sel est un phénomène qui fait l'objet depuis plus de deux décennies de nombreux travaux. Ce phénomène doit en effet être pris en compte lors de l'étude des possibilités du stockage souterrain de déchets radioactifs en massif salifère étant donné la possibilité de transfert de fluides qui lui est associée.

Il est connu que sous l'effet d'un gradient thermique les inclusions fluides intracristallines peuvent migrer à travers la halite vers la source de chaleur. Ce phénomène est dû à l'augmentation de la solubilité de la halite avec la température. Il existe du fait du gradient thermique une différence de solubilité entre les parois *chaude* et *froide* de l'inclusion. La halite est dissoute sur la paroi *chaude* et cristallise sur la paroi *froide*. La paroi *chaude* de l'inclusion s'avance donc vers la source de chaleur. La vitesse de migration et les changements de forme et de phases qui interviennent lors de cette migration dépendent de plusieurs facteurs qui sont essentiellement la valeur du gradient, la taille de l'inclusion, son contenu ainsi que l'orientation du champ de contraintes local et du cristal hôte.

Un aspect primordial, mais malheureusement mal connu, du phénomène de thermomigration est le rôle joué par les joints entre grains de halite. Les études précédentes ont montré que, de manière générale, les joints de grains, lorsqu'ils sont partiellement vidés des saumures qu'ils contiennent initialement in situ, constituent une barrière à la migration des inclusions. Lorsqu'une inclusion, du fait de sa thermomigration, vient toucher un tel joint de grains son contenu se déverse dans les ouvertures du joint. On a cependant observé, de manière il est vrai un peu exceptionnelle, que lorsque le joint est relativement bien fermé, que les inclusions fluides de dimensions suffisamment grandes peuvent passer d'un grain à l'autre au travers du joint (Chemin, 1990) en subissant peu de transformations.

Cependant les essais précédents ont souvent été effectués dans des conditions *sèches* sur des échantillons ayant perdu une assez grande partie de leur contenu initial en saumures suite aux opérations d'échantillonnage (carottage, façonnage, stockage...) ainsi que du fait des conditions expérimentales appliquées (pression et température). Il en résulte que l'état des joints de grains dans les échantillons de sel gemme ayant fait l'objet des essais antérieurs est très éloigné de celui qu'ils possèdent dans l'état naturel où on peut penser notamment qu'ils sont saturés.

Afin de palier ce défaut des études antérieures, un essai de thermomigration a été conduit sur l'échantillon L4 de sel laiteux du Bassin Bressan dans des conditions humides. Le degré d'humidité relative élevé imposé au cours de cet essai est censé permettre de reconstituer un état de saturation des joints de grains proche de l'état naturel. Une faible pression ($\sigma_1 = 5$ PMa) est appliquée à la lame épaisse afin d'éviter toute fissuration de la lame ce qui générerait inéluctablement la thermomigration des inclusions fluides. Un gradient thermique de 2 à 2,4 °C/cm est imposé. La température minimale est de 80°C et le degré d'humidité relative est supérieur à 80%.

Il faut noter que le degré d'humidité relative imposé est celui établi à la température de l'étuve qui est de 80°C. Ce degré est probablement moindre dans la porosité de l'échantillon du fait de la température moyenne un peu plus élevée qui règne dans la lame épaisse.

Dans l'interprétation de cet essai nous nous sommes principalement intéressé au rôle que peuvent jouer les joints de grains saturés dans la migration des inclusions. Les observations ont porté sur la migration des inclusions intracristallines au voisinage des joints ainsi qu'au comportement des saumures contenues dans ces joints.

2. Comportement des inclusions intracristallines.

Au cours de l'essai avec gradient thermique nous avons observé la migration des inclusions intracristallines vers la source de la chaleur (fig. 56). Cette migration est d'autant plus rapide que l'inclusion est grande. Il a été constaté qu'en dessous d'une taille d'environ 15 μm les inclusions ne semblent pas se déplacer ou qu'en tout cas leur mouvement dû à la thermomigration n'était pas individualisable de celui dû à la déformation plastique du sel. L'orientation des inclusions est aussi un facteur important; ce sont les inclusions dont une des faces (100) est orientée perpendiculairement au gradient qui migrent le plus rapidement.

Etant donné les différences de vitesses de migration entre les inclusions, on assiste à des phénomènes de collision et de coalescence surtout au sein des nuages d'inclusions présents dans les septas des cristaux de halite laiteuse à microstructure en chevrons. On observe que les inclusions de grande taille qui migrent à plus grande vitesse absorbent sur leur passage les petites inclusions qui se déplacent plus lentement.

Comme dans les observations antérieures (Chemin, 1990) on constate que lors de leur migration les inclusions changent de forme. On observe notamment que leur face arrière devient irrégulière et rugueuse. Pour certaines inclusions de grande taille la face arrière se disloque et évolue en une traînée de très petites inclusions allongées ce qui provoque une diminution du volume de l'inclusion. Par ailleurs, à cause de la contrainte uniaxiale la surface chaude de l'inclusion, dite face de migration, a tendance à s'étendre perpendiculairement à la contrainte principale qui coïncide également avec la direction de la migration.

Au niveau des joints de grains restés ouverts les inclusions perdent une grande partie de leur contenu en saumures. Le volume de saumure perdu est remplacé par un volume équivalent de gaz (air humide vraisemblablement). Ceci entraîne la formation d'une bulle qui peut occuper la majeure partie de l'inclusion. Ces inclusions devenues biphasiques migrent ensuite dans la direction du gradient mais dans le sens opposé à la source de chaleur. On constate que ces inclusions prennent alors souvent une forme en haltère (fig. 57). Ce phénomène est connu par les spécialistes qui s'intéressent aux inclusions fluides sous l'appellation de division par étranglement ou "necking-down".

Les clichés photographiques de la figure 58 illustrent la migration d'une inclusion à travers un joint de grain. Ce phénomène, rarement observé dans les études antérieures de thermomigration, est sans doute favorisé ici par l'existence d'un fort degré d'humidité. Celui-ci permet, dès le début de la phase humide de l'essai, d'une part de conserver les saumures résiduelles à l'intérieur des joints semi-ouverts et d'autre part de reconstituer progressivement un film fluide quasi continu dans les joints peu ou pas ouverts mais accessibles à la vapeur d'eau. Certains joints retrouvent ainsi un état de saturation de leur porosité. Lorsqu'une inclusion, lors de sa thermomigration, parvient au joint ainsi rempli de saumure, même si un certain échange de saumures s'effectue, elle ne s'y vide pas et ne se remplit pas partiellement de gaz. Ceci lui permet de traverser l'espace de très faible épaisseur qui sépare les deux cristaux de halite, puis de poursuivre sa migration à travers le second cristal.

Ce phénomène a été observé pour l'inclusion (fig. 58 repère b) dont on a observé le passage du cristal de halite situé à droite du joint de grain (repère a) au cristal situé à gauche de celui-ci.

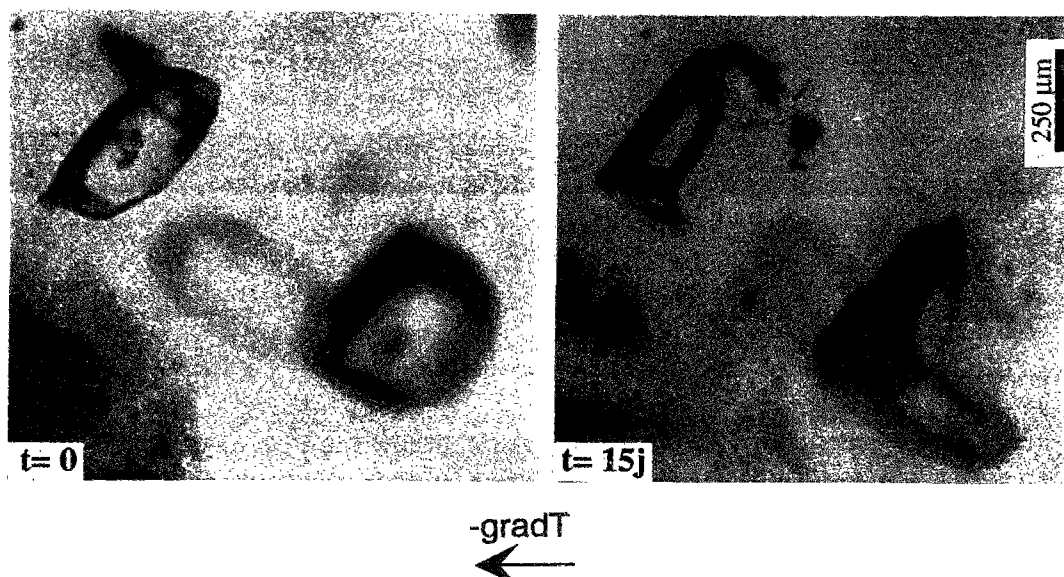


Figure 56 : Clichés photographiques montrant l'aspect avant et après un essai avec gradient thermique de deux inclusions fluides dans un cristal de halite du sel laiteux du Bassin Bressan (échantillon L4). Pendant leur migration les inclusions ont changé de forme notamment leur face arrière qui devient irrégulière et rugueuse.

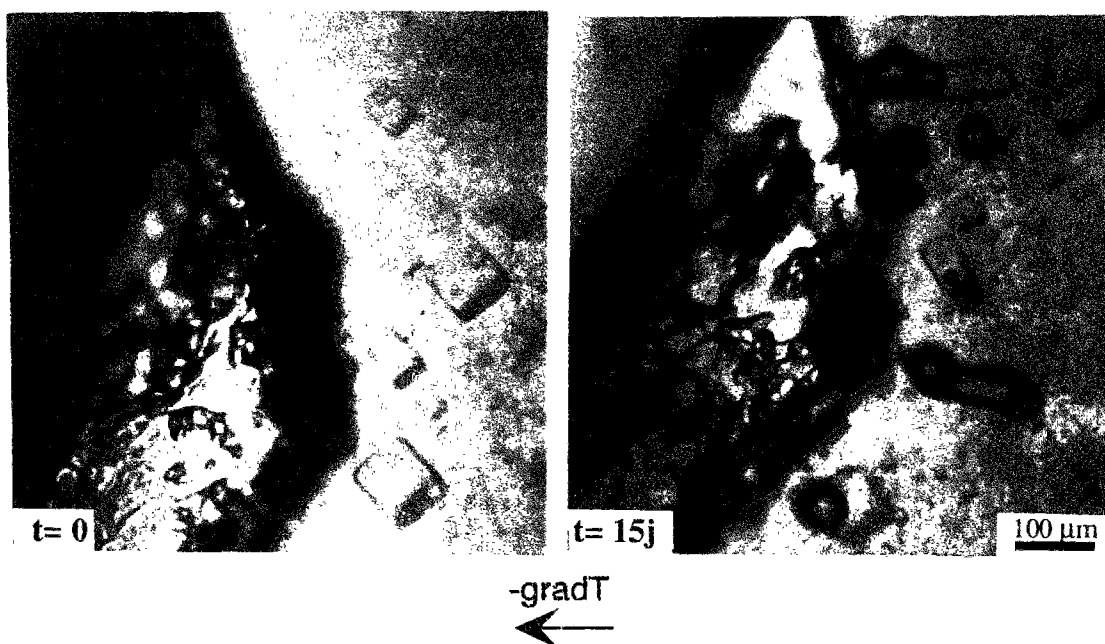


Figure 57 : Clichés photographiques montrant l'influence d'un joint ouvert entre deux cristaux de halite sur la thermomigration des inclusions fluides dans l'échantillon L4 de sel laiteux lors d'un essai avec gradient thermique. Au contact du joint, les inclusions perdent une partie de leurs saumures qui est remplacée par une bulle de gaz. Ces inclusions devenues biphasiques peuvent ensuite migrer dans le sens opposé à la source de chaleur.

A droite: cristal de halite laiteuse; à gauche: cristal de halite limpide.

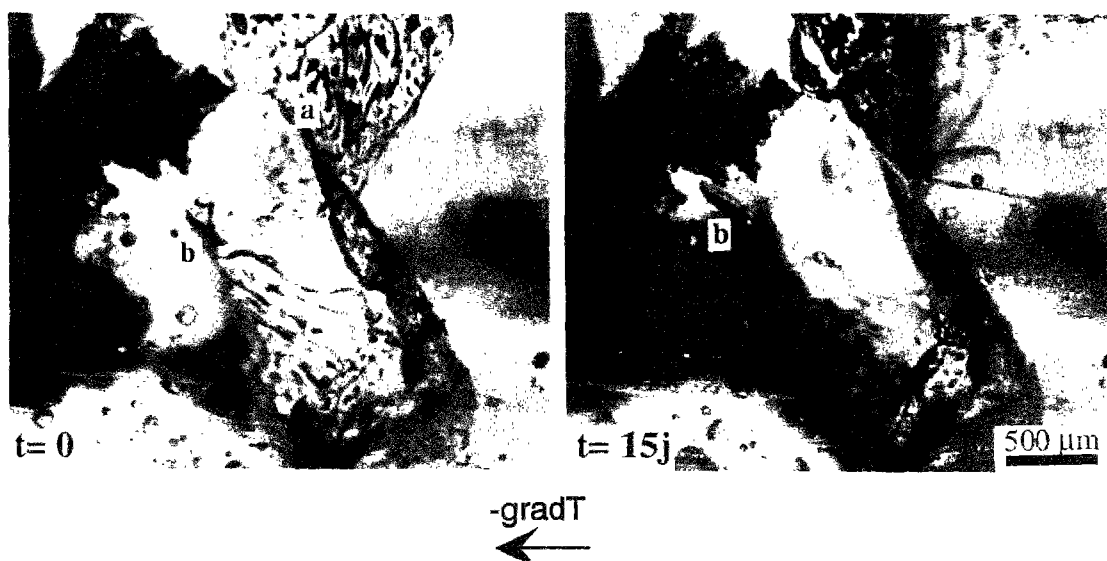


Figure 58 : Clichés photographiques mettant en évidence la traversée d'un joint (repère a) entre deux cristaux de halite par une inclusions fluide en migration (repère b) lors d'un essai en microcellule avec gradient thermique (échantillon L4 de sel laiteux). Sous l'action de l'humidité (80%) le joint devient saturé en saumures ce qui favorise la traversée de l'inclusion.

Un facteur important dans la migration des inclusions à travers un joint est l'orientation cristalline relative des deux cristaux voisins. Il a été constaté que la migration d'un cristal à l'autre est d'autant plus facile que leurs orientations cristallines sont proches l'une de l'autre. Ce phénomène de migration de saumures à travers des joints de grains de halite a été également mis en évidence lors d'un essai de chauffe sur le sel gemme in situ (Lebrun, 1993).

3. Comportement des inclusions intercristallines.

Les inclusions intercristallines au sens strict sont situées dans les joints de grains où elles ont été piégées lors de la sédimentation ou lors de la diagenèse du sel gemme. D'autres types d'inclusions présentes également dans des discontinuités de type planaire créées dans la halite lors de déformations postérieures à l'enfouissement de la formation salifère présentent des caractères communs avec les inclusions intercristallines au sens strict. C'est par exemple le cas des inclusions contenues dans les fissures et les clivages. Ces inclusions intercristallines sont de forme variable, sphérique ou allongée et sont souvent dispersées sur toute la surface du joint dont elles ne couvrent généralement qu'une faible partie.

En l'absence de gradient thermique, dans presque toutes les discontinuités de type planaire peu ouvertes, on constate que sous l'effet d'un degré d'humidité relative élevé les inclusions intercristallines (au sens large) s'étendent en surface sans direction privilégiée et que des films quasi continus de saumures tendent à se reconstituer.

Dans l'essai avec gradient et degré d'humidité élevé l'évolution est un peu différente. Un des cas les plus intéressants est celui où une discontinuité de type planaire est orientée avec une faible obliquité par rapport au gradient thermique. On observe (fig. 59) que les inclusions intercristallines qui se trouvent dans la discontinuité s'allongent dans la direction

du gradient, jusqu'à se toucher et coalescer dans certains cas. On observe également une migration très lente de certaines inclusions dans le plan de la discontinuité en direction de la source de chaleur.

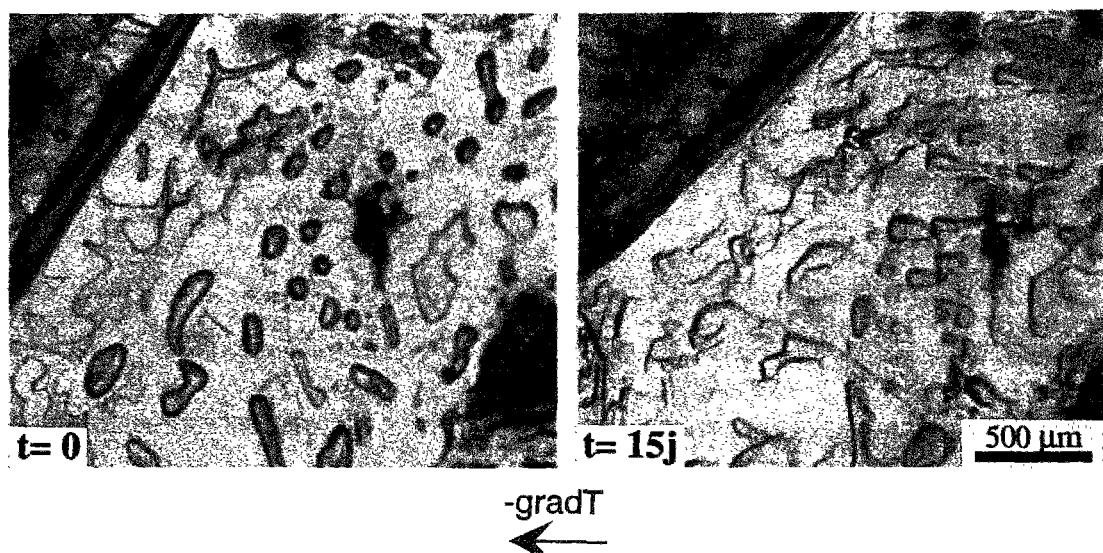


Figure 59 : Clichés photographiques mettant en évidence l'évolution d'inclusions fluides disposées dans un plan de clivage ouvert, subparallèle au gradient de température lors d'un essai en microcellule (échantillon L4 de sel laiteux). Les inclusions s'allongent dans la direction du gradient; certaines tendent à migrer lentement vers la source de chaleur.

Nous n'avons pas observé dans cet essai sous gradient thermique de transformation sous l'effet de la thermomigration, d'inclusions intercrystallines en inclusions intracrystallines. Ce cas de figure peut cependant être envisagé puisqu'il est relativement proche du cas bien réel d'inclusions fluides intracrystallines qui parviennent à traverser des joints de grains.

4. Conclusions.

Sous influence de l'humidité, les joints de grains sont susceptibles de se saturer en saumures. Cet état qui est voisin de celui du sel naturel, semble faciliter le passage des inclusions au travers des joints sous l'effet d'un gradient thermique. De même les saumures intercrystallines semblent être mobiles lorsque le joint qui les contient est faiblement oblique par rapport au gradient thermique.

TROISIEME PARTIE: INTERPRETATION ET SYNTHESE

Chapitre 6

Interaction des principaux paramètres conditionnant l'influence de l'humidité sur la déformation du sel.

L'analyse comparative de l'évolution texturale et microstructurale en cours de déformation des divers types de sel gemme permet d'interpréter les différents comportements observés et de déterminer les mécanismes qui sont à l'origine de la déformation des roches halitiques sous l'action de l'humidité. Cette interprétation comporte trois étapes:

- analyse de l'influence de la microstructure à l'échelle des cristaux de halite sur la déformation des différents types de sel gemme;

- analyse des mécanismes qui résultent de l'action mutuelle de la texture et de l'humidité;

- étude de l'influence des conditions environnementales notamment du couple température-humidité.

1. Influence de la microstructure des cristaux de halite sur la ductilité du sel gemme.

Le modèle théorique de déformation des cristaux de halite généralement admis ne permet pas d'expliquer les différences remarquables de ductilité observées dans les lithofaciès de sel gemme à faible teneur en minéraux non halitiques : sel limpide, laiteux et hyperlaiteux du Bassin Bressan et sel de dôme de la mine d'Asse. L'étude de l'évolution de quelques marqueurs microstructuraux, notamment des inclusions fluides et solides et des microstructures des grains de halite, a permis de mieux appréhender la déformation d'un cristal de halite qui diffère d'un lithofaciès à l'autre. Il convient ici d'interpréter et d'approfondir cette liaison que l'étude expérimentale a mise en évidence. Il s'agit d'une interprétation microstructurale qui ne prend en compte ni la dimension ni la morphologie du cristal.

L'étude fine des cristaux de halite dans les différents types de sel gemme étudiés permet de distinguer trois microstructures cristallines différentes (fig.60).

1.1. Le cristal de halite limpide.

Ce type de cristaux de halite constitue la zone limpide des deux échantillons L1 et L2 ainsi que certains phénoblastes des échantillons P1 et P2 du sel phénoblastique du Bassin Bressan. Excepté quelques rares inclusions solides ou fluides isolées, ces cristaux sont quasiment limpides et leur microstructure s'approche de celle d'un cristal de halite parfait. Un tel cristal, en raison de ses systèmes de glissement, peut être schématiquement subdivisé en plusieurs types de "domaines" ou "cellules" de déformation homogène qui sont (fig. 60A):

- le domaine à glissements simples dont la déformation est parfaitement homogène;
- la bande de cisaillement entre domaines à sens de glissement opposés;
- le domaine à glissements croisés qui se situe à l'intersection de deux bandes à sens de glissement obliques l'une par rapport à l'autre;
- le domaine à l'intersection entre deux bandes de cisaillement.

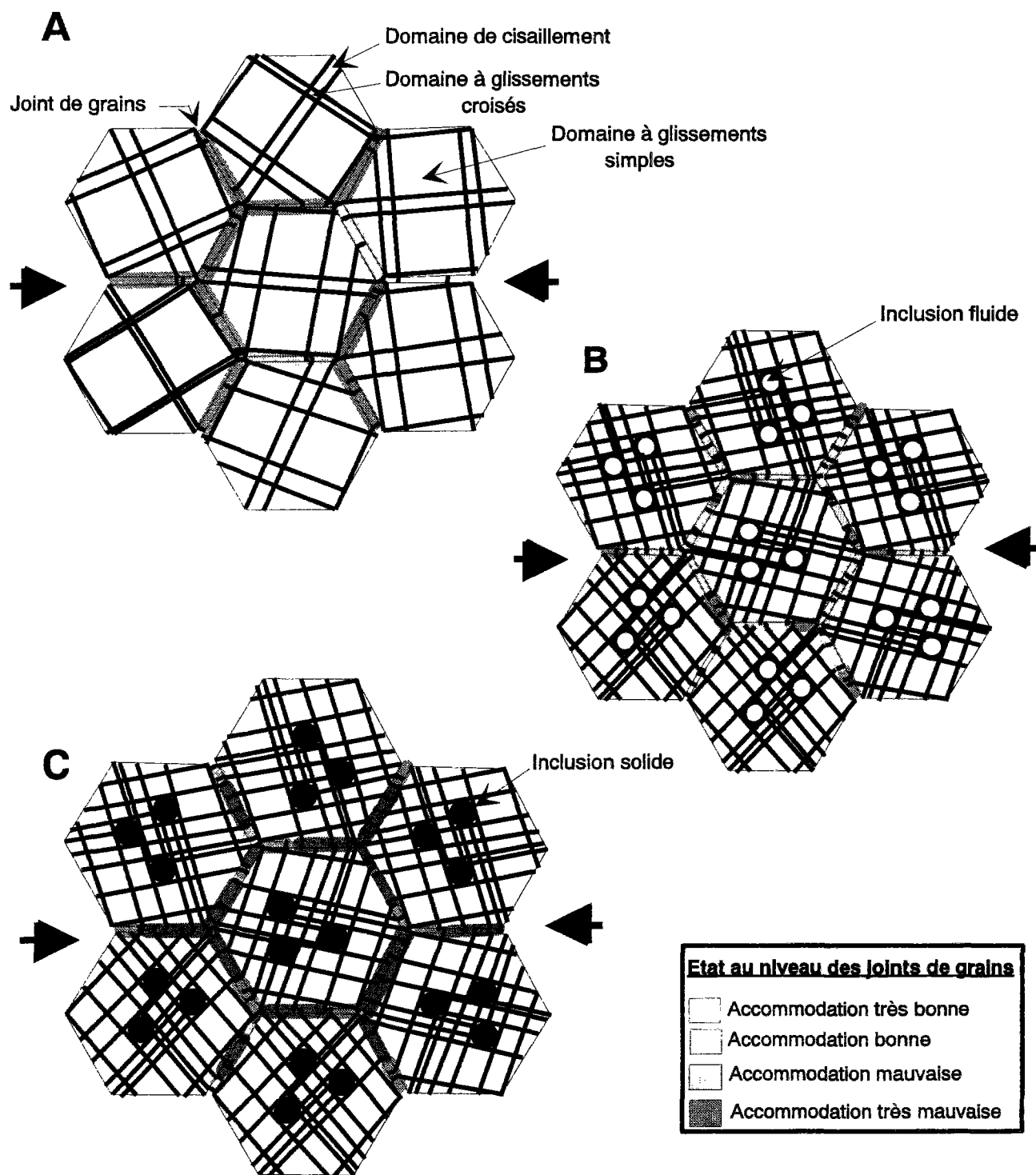


Figure 60 : représentation schématique de l'influence de la microstructure sur la ductilité des cristaux de halite provenant des différents types de sel gemme.

A. cristal de halite limpide

B. cristal de halite laiteuse

C. cristal de halite recristallisée

Ce dernier type de domaine possède un fonctionnement très complexe, le déplacement des dislocations doit nécessairement s'y faire par "à coups". Les incréments de déplacement se font dans l'une des douze directions de glissement possibles les unes après les autres d'où une vitesse de déformation vraisemblablement plus faible. La déformation globale du cristal est limitée par le nombre et l'étendue des domaines de ce type.

En raison de cette subdivision, la rapide accommodation de la déformation entre cristaux voisins est limitée, particulièrement en présence de cristaux d'orientations différentes. En conséquence, la déformation d'un polycristal constitué de ce type de cristaux est la résultante de deux mécanismes:

- la déformation plastique (fluage) par migration de dislocations conditionnée par la ductilité du cristal qui est voisine de celle du réseau cristallin de la halite pure;
- les déformations fragiles (microfissuration et ouverture de joints) qui résulte de la faible accommodation de la déformation entre cristaux de halite.

1.2. Le cristal de halite laiteuse.

Il s'agit des cristaux de halite contenant en abondance des inclusions fluides. Deux cas peuvent être distingués:

- le cristal formé par un coeur laiteux où se concentrent les inclusions fluides et une bordure limpide formée par la halite limpide de cimentation. Ce type de cristaux forme la partie laiteuse des échantillons L1 et L2;
- les cristaux contenant des inclusions fluides réparties sur la quasi-totalité de leur volume et que l'on rencontre dans l'échantillon de sel hyperlaiteux L3.

Dans ces cristaux les inclusions fluides ont une grande influence sur la déformation. La dissolution et la précipitation de NaCl aux parois de chaque inclusion fluide facilitent un réarrangement libre des atomes dans le cristal. L'inclusion fluide agit simultanément mais dans des directions différentes comme source et puits de dislocations. Il en résulte une multiplication des domaines de déformation au sein du cristal. Chaque inclusion fluide a de plus la possibilité de redistribuer les déplacements de matière au sein du cristal de halite dans plusieurs directions sans faire intervenir d'autres directions élémentaires de glissements que celles du système classique $\{110\} <110>$ qui sont au nombre de 12 (fig. 60B). Cette microstructure a deux conséquences:

-la ductilité du cristal individuel augmente contribuant à une déformation nettement plus plastique que celle du cristal parfait;

-entre cristaux voisins l'accommodation de la déformation est plus facile. Il en résulte que la fissuration et l'ouverture des joints sont rares.

ce comportement est vrai pour le cristal laiteux contenant des inclusions fluides réparties sur tout son volume. Dans le cas d'un cristal où seul le coeur est laiteux il faut s'attendre à une déformation plus hétérogène du fait que le centre du cristal est plus ductile que sa bordure.

1.3. Le cristal de halite recristallisée.

Ce type de cristal de halite est présent dans le sel de dôme de la mine d'Asse où il constitue l'essentiel de la roche. D'un point de vue microstructural il se caractérise par sa richesse en inclusions solides éparpillées dans tout son volume et à la surface de ses joints. Cette structure est semblable à celle de certains matériaux composites pour lesquels on recherche une rigidité plus élevée. Lors de la déformation du cristal ces inclusions solides constituent des obstacles à la propagation de la déformation par glissement de dislocations (fig. 60C). La redistribution de la matière par déformation des domaines dans différentes

directions nécessite la rupture des inclusions solides ou leur déchaussement. Il en résulte un écrouissage du matériau ("particle hardening") qui fait que la ductilité de ce type de cristal est inférieure à celle du cristal parfait (Hunsche et Schulze, 1993). Par ailleurs l'accommodation de la déformation entre cristaux voisins est rendue plus difficile ce qui favorise l'apparition des mécanismes fragiles notamment l'ouverture des joints entre cristaux de halite.

2. Analyse de l'action mutuelle de la texture et de l'humidité.

L'étude expérimentale a mis en évidence que l'action mutuelle de la texture des échantillons de sel gemme et du couple température-humidité détermine la nature et l'ampleur des mécanismes.

Le tableau 4 récapitule les différents éléments de texture étudiés, leurs comportements à sec et sous l'action de l'humidité ainsi que les conséquences probables de ces comportements sur la déformation à l'échelle du massif.

Le tableau 5 est la synthèse des principaux paramètres texturaux qui caractérisent un polycristal de halite et de leur influence sur la déformation notamment sous l'action de l'humidité.

| Élément textural | Mécanismes engendrés en absence d'humidité | Mécanismes engendrés en présence d'humidité | Conséquences probables à l'échelle du massif en présence d'humidité |
|--------------------------------------|--|---|---|
| Joints de grains | Cisaillement Fluage | Glissement Ouverture Microstylolitisation Hydrolyse de NaCl | Rupture Augmentation de la porosité Augmentation de la perméabilité Attaque des carbonates par HCl |
| Inclusions fluides intracristallines | Guillochage Migration intra-granulaire | Migration à travers joints saturés | Transfert de saumures dans le massif |
| fluides intercrystallins | Evaporation Expulsion | Reconstitution de films de saumure | Saturation du milieu poreux Transfert de saumures |
| Matrice microporeuse individualisée | Microfissuration | Saturation Hydratation de l'anhydrite Gonflement Fissuration | Gonflement Rupture Augmentation de la porosité et de la perméabilité |
| inclusions solides | Ecrouissage Clivages | Hydratation des inclusions d'anhydrite dans les joints Ouverture de joints | Augmentation de la porosité |

Tableau 4 : Récapitulation des différents éléments texturaux et de leur influence sur la déformation du sel gemme notamment sous l'action de l'humidité.

| Paramètre textural | | Rôle dans la déformation sous l'action de l'humidité |
|-------------------------|------------------------------|---|
| Granulométrie | Dimension | Détermine la surface de joints accessible à l'humidité |
| | Classement | Accommodation de la déformation Homogénéité de la déformation Mécanismes plastiques |
| Morphologie | Forme géométrique | Glissement grain sur grain Ouverture de joints de grains |
| | Orientation préférentielle | Plan de faiblesse Ouverture de joints de grains Glissement grain sur grain |
| | Rugosité et interpénétration | Déformation plastique au voisinage des joints Microstylolitisation |
| Anisotropie cristalline | | Accommodation de la déformation Mécanismes plastiques |

Tableau 5 : Récapitulation des principaux paramètres texturaux et de leur influence sur la déformation du sel gemme sous l'action de l'humidité.

2.1. Interprétation de la déformation au niveau des joints de grains.

L'étude expérimentale a mis en évidence que l'action de l'humidité sur la déformation se passe à l'intérieur ou au voisinage des joints de grains où des films de saumures peuvent se reconstituer. Cette action se traduit principalement par des glissements grain sur grain dans le sel de dôme. Dans les sel laiteux ce sont les mécanismes de microstylolitisation et de cisaillement par déformation plastique des cristaux au voisinage des joints qui prédominent. Ces différences de comportement ont été attribuées essentiellement à la morphologie et à l'état de surface des joints de grains. il convient ici d'interpréter plus finement ce phénomène.

Dans le cas d'un joint de grain planaire et à faible rugosité l'action de l'humidité se manifeste après la disparition des points d'ancrage faiblement résistants par dissolution et cisaillement et une lubrification qui se traduit par un glissement libre grain sur grain. Dans la réalité un joint de grain n'est pas un plan parfait et de ce fait le taux de glissement est déterminé par la forme du joint et la présence éventuelle d'obstacles (inclusions solides, jonctions entre grains, grains voisins). Ces incompatibilités génèrent des processus d'accommodation qui vont contrôler le taux de glissement.

Selon Raj (1971) trois processus d'accommodation sont possibles:

- Accommodation élastique par accumulation de contraintes au niveau des obstacles dans le joint de grain (zones de courbure, aspérités...). Ces contraintes s'opposent au glissement qui ralentit jusqu'à l'arrêt.

- Accommodation par déformation plastique par mouvement de dislocations des cristaux au voisinage du joint. Ce processus intervient quand des contraintes suffisamment grandes se développent dans les cristaux.

- Accommodation par diffusion de matière des zones en compression vers les zones en tension dans le joint de grain. Dans le cas du sel gemme ce processus n'est autre que celui de la dissolution-cristallisation ou "pressure solution". Ce processus intervient notamment à haute température.

On peut penser que dans les conditions de nos essais, la déformation du sel de dôme sous l'action de l'humidité est un glissement contrôlé par une accommodation de type élastique. Dans ce cas l'humidité joue essentiellement le rôle de lubrifiant. Le taux de déformation par ce mécanisme dépend des paramètres caractérisant le joint de grain et son contenu (épaisseur, forme, viscosité du fluide), des caractéristiques mécaniques du matériau (module d'Young, coefficient de Poisson) et du champ de contrainte imposé (contrainte de cisaillement).

La figure 61 montre un type de joint en "dents de scie" fréquemment rencontré dans le sel de dôme. Les facettes de ce joint ont une grande planéité et une faible rugosité. La contrainte de cisaillement appliquée provoque sous l'action de l'humidité un glissement au niveau du joint. Ce glissement est essentiellement contrôlé par la forme en dents de scie du joint, la présence d'autres joints de grains au niveau des jonctions triples et la présence des inclusions solides.

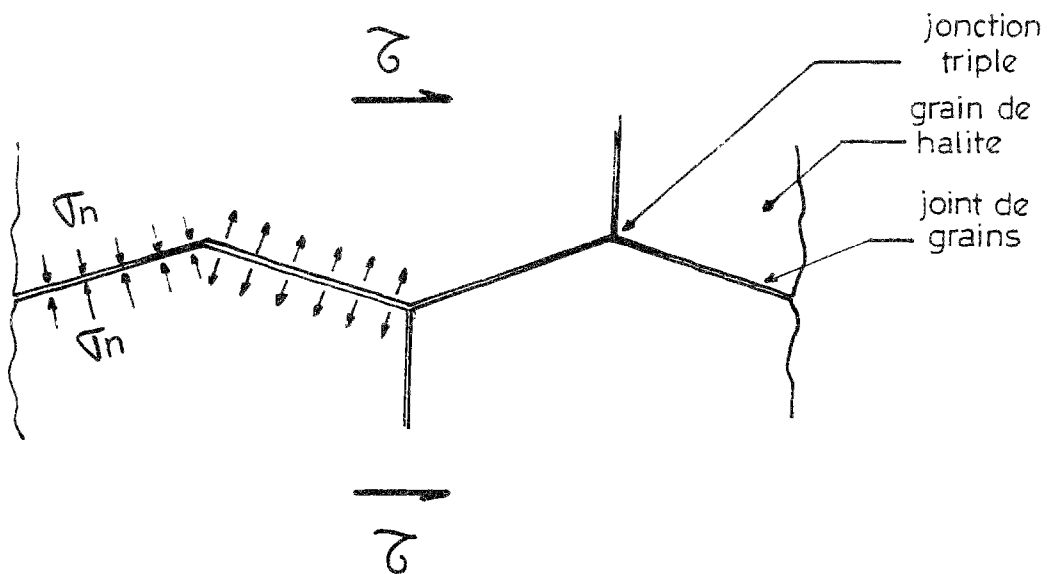


Figure 61 : Représentation schématique de la déformation par glissement au niveau d'un joint en dents de scie dans le sel de dôme de la mine d'Asse.

Cette accommodation du glissement se traduit par l'accumulation de contraintes normales qui agissent perpendiculairement au joint et s'opposent au glissement. Ces contraintes se concentrent particulièrement au niveau des obstacles au glissement c'est le cas des aspérités dans le joint ou celui des points de changement brusque d'inclinaison. Le

glissement continue en ralentissant jusqu'à l'arrêt final au moment où la composante horizontale de la contrainte normale équilibre la contrainte de cisaillement.

Dans le sel laiteux du Bassin Bressan, Le cisaillement d'une paire de grains de halite sous l'action du couple température-humidité est accommodé d'une part par une déformation plastique en "bande de cisaillement" de la halite située au voisinage immédiat du joint entre les deux grains et d'autre part par une possible diffusion de matière grâce au mécanisme de dissolution-cristallisation. Il semble qu'en présence d'humidité la mobilité des dislocations soit très grande au voisinage des joints de grains. Ce phénomène est semblable à celui observé, que ce soit en conditions sèches ou en conditions humides, à proximité des inclusions fluides intercrystallines. Le film quasi continu de saumures qui se reconstitue en conditions humides dans les ouvertures aux joints de grains semble permettre un fonctionnement très actif en source et/ou en puits de dislocations des surfaces des grains de halite en accroissant ainsi la ductilité déjà très forte du sel laiteux.

L'intervention simultanée des deux mécanismes déformation plastique et dissolution-cristallisation laisse penser au modèle de fluage par le couple plasticité-dissolution proposé par Pharr et Ashby (1983). Il s'agit d'une déformation faisant intervenir de façon active les joints de grains et leur voisinage. Elle est basée sur une alternance de processus de plasticité et de dissolution (fig. 62). Au niveau des joints de grains le liquide de faible angle de mouillage pénètre et érode les jonctions qui existent entre deux grains voisins. La contrainte dans les jonctions augmente au fur et à mesure que leurs sections diminuent jusqu'à un point d'équilibre où la déformation plastique des deux grains apparaît et permet de nouveau le développement des jonctions. Ce couple plasticité-dissolution entraîne une déformation stationnaire.

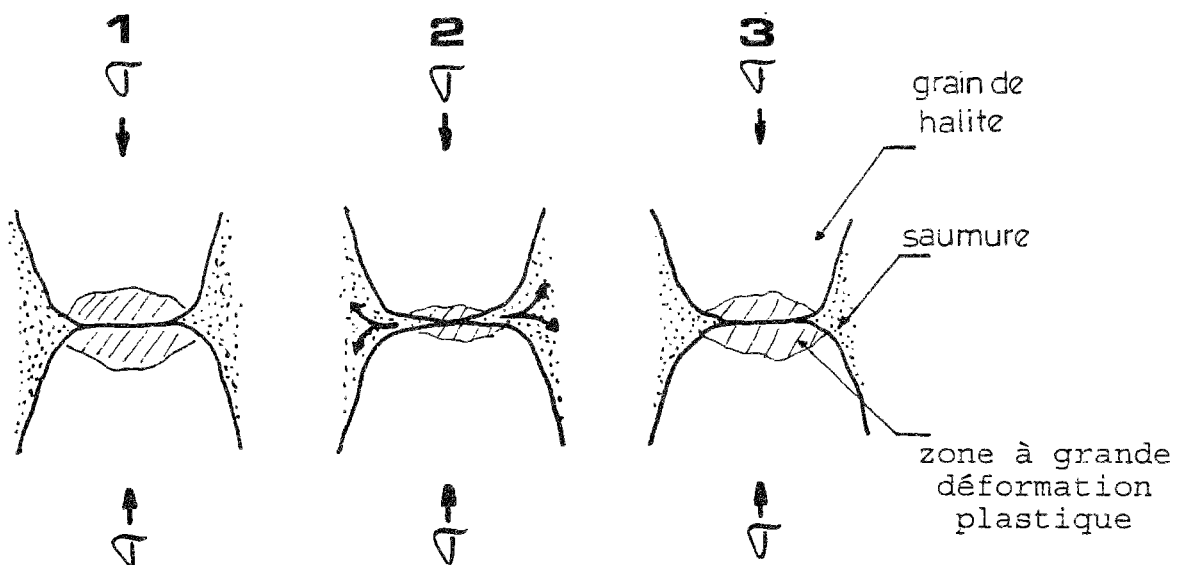


Figure 62 : Représentation schématique en trois étapes de la déformation au niveau d'un joint de grains par le mécanisme plasticité-dissolution (d'après Pharr et Ashby, 1983).

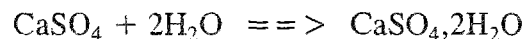
1: déformation plastique; 2: dissolution; 3: déformation plastique

2.2. Autres réactions physico-chimiques dues à l'humidité.

En plus de la dissolution-cristallisation deux autres réactions physico-chimiques dues à l'humidité sont à envisager: l'hydratation de l'anhydrite et l'hydrolyse de la halite.

2.2.1. Hydratation de l'anhydrite.

L'étude expérimentale a mis en évidence la réaction de l'hydratation de l'anhydrite en gypse dans le sel phénoblastique sous l'action de l'humidité et de la température. Cette hydratation s'accompagne d'un gonflement important conduisant à la dégradation du matériau voire même à sa rupture. La réaction s'exprime comme suit:



Ce phénomène est assez connu dans le domaine de construction des tunnels où il peut poser de sérieux problèmes. En effet, étant donné la différence notable des masses volumiques des deux minéraux, anhydrite ($2,98 \text{ g.cm}^{-3}$) et gypse ($2,32 \text{ g.cm}^{-3}$) cette réaction s'accompagne toujours d'un gonflement important d'environ 30% du volume initial de l'anhydrite. Il en résulte qu'à proximité des tunnels ou galeries souterraines ce gonflement pourrait avoir des conséquences indésirables allant de la création d'un milieu poreux et perméable jusqu'à l'éclatement des parois.

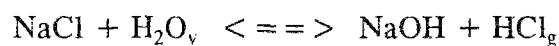
Ragai (1988) a étudié la réaction de déshydratation du gypse sous basse et haute température. Cette réaction conduit dans un premier temps à la formation de l'hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) ou de l'anhydrite soluble ($\alpha\text{-CaSO}_4$) qui si le chauffage est maintenu se transforme en anhydrite naturelle ($\beta\text{-CaSO}_4$). La réaction est contrôlée par le couple température-humidité. Le point de transformation du gypse en hémihydrate est 97°C . Dans une atmosphère de faible taux d'humidité relative la déshydratation du gypse a lieu à des températures plus faibles. La présence de minéraux tels que les silicates ou la calcite contribue à retarder la déshydratation du gypse.

Selon Ragai, la cinétique et le mécanisme de la réaction paraissent être associés à la diffusion des molécules d'eau à travers le produit solide CaSO_4 . Ainsi le taux élevé de déshydratation du gypse observé sous 400°C s'explique probablement par la vitesse de diffusion élevée des molécules d'eau à de telles températures.

Ces résultats sont compatibles avec ceux obtenus lors de notre étude expérimentale. L'hydratation de l'anhydrite est contrôlée par le taux d'humidité relative et est accélérée par une légère augmentation de température. Par ailleurs la présence de la calcite dans le sel phénoblastique est de nature à activer la réaction.

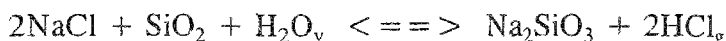
2.2.2. Hydrolyse de la halite.

Une étude expérimentale réalisée au CGI a mis en évidence une réponse du sel gemme à l'action de la vapeur d'eau aboutissant à la libération du gaz chlorhydrique notamment dans le cas du sel phénoblastique. Cette réaction d'hydrolyse du NaCl s'exprime de la manière suivante:



Le calcul des enthalpies libres pour des températures entre 0 et 1400°C montre que dans le cas de NaCl solide (halite), l'équilibre est toujours déplacé vers la gauche et il ne peut y avoir de libération de HCl. En revanche dans le cas de NaCl gazeux les enthalpies sont négatives pour des températures inférieures à 325°C , l'équilibre est alors déplacé vers la droite et la libération de HCl a lieu.

La cinétique de la réaction dépend donc de la pression partielle de NaCl gazeux d'où une réaction plutôt lente. On constate que la présence d'adjuvants peut accélérer considérablement cette réaction. Le cas le plus connu est celui de SiO₂ (quartz) qui dans la réaction neutralise la soude en formant un silicate sodique.



Le bilan thermodynamique montre de plus qu'en présence de SiO₂ à 150°C l'enthalpie fournie par la réaction est 4 fois celle de la réaction sans adjuvant ce qui facilite l'hydrolyse.

Malgré la cinétique lente de l'hydrolyse de la halite, la libération de HCl est un phénomène à prendre en considération dans les études du comportement thermomécanique du sel gemme particulièrement en présence de l'humidité, vus les volumes disponibles de halite, les quantités de vapeur d'eau mobilisables et les durées mises en jeu. Par ailleurs la présence de minéraux non halitiques dans le sel gemme, parfois en forte teneur comme c'est le cas dans le sel phénoblastique, est susceptible de contribuer considérablement à accélérer cette réaction.

La libération du gaz chlorhydrique est particulièrement indésirable dans le cas d'un stockage souterrain de déchets radioactifs dans le sel gemme. En effet le HCl gazeux pourrait attaquer les phases carbonatées abondamment présentes dans le sel phénoblastique. Par ailleurs, migrant par les fissures qui sont d'autant plus nombreuses que l'on est proche des puits ou galeries de stockage, le HCl gazeux aura tendance à diffuser vers les conteneurs et contribuer avec le temps à leur corrosion.

2.3. Proposition d'un modèle de transfert de saumures.

Le transfert de saumures est un aspect important à considérer dans l'étude du comportement de certains types de sel gemme riches en inclusions fluides comme le sel laiteux du Bassin Bressan. L'étude expérimentale a mis en évidence que le mouvement des saumures est possible notamment sous l'action de gradient thermique. Ce phénomène de thermomigration déjà bien connu à l'échelle du grain de halite semble pouvoir être étendu à une migration continue de grain en grain des fluides à travers le sel gemme sous l'action de l'humidité. En effet celle-ci contribue à la saturation des joints de grains qui n'agissent plus comme un barrage à la migration des inclusions fluides.

Dans un milieu parfaitement saturé, on peut imaginer que localement le transfert des saumures résulte de plusieurs types de migration de saumures (fig. 63). Sous l'effet du gradient thermique les saumures intracristallines migrent vers la source de chaleur. Les saumures réussissent à traverser les joints de grains fermés ou semi-ouverts parfaitement saturés et peuvent ainsi continuer leur migration de grain en grain. En cas de joints ouverts les inclusions déversent leur contenu dans la porosité. Si le milieu poreux est interconnecté un écoulement des saumures est probable le long des joints de grains dans la direction de la source de chaleur.

La combinaison de ces différents types de migration à l'échelle locale peut contribuer à un mouvement important de saumures puis de vapeur d'eau à l'échelle du massif vers une galerie où serait entreposée une puissante source de chaleur ce qui est le cas dans une galerie de stockage de déchets radioactifs.

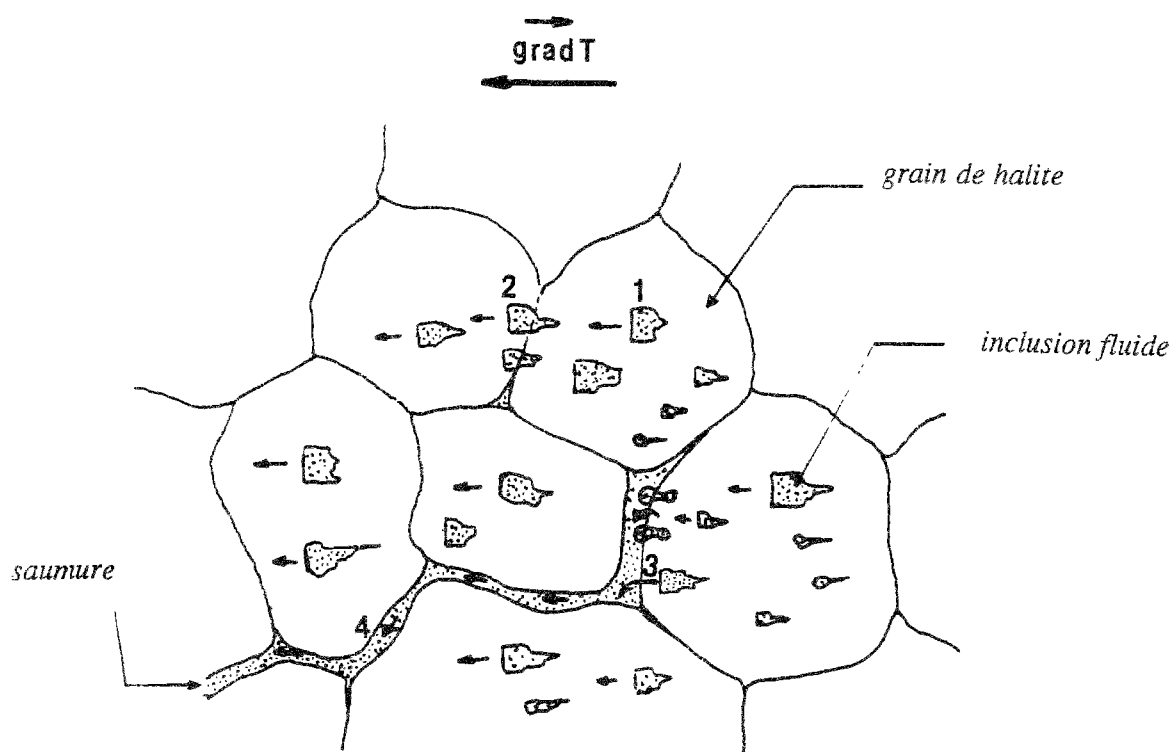


Figure 63 : Représentation schématique des différents types de migration de saumures sous gradient thermique dans le sel laiteux du Bassin Bressan.

1. *migration intragranulaire*
2. *migration de grain à grain*
3. *migration et déversement dans un joint ouvert*
4. *migration dans le milieu poreux*

3. Influence du couple température-humidité.

Dans un joint entre deux cristaux de halite soumis à une certaine contrainte, l'action de l'humidité dépend de l'épaisseur du joint ainsi que de la température du fait de l'équilibre halite-saumure-vapeur. La figure 64 illustre de façon schématique une possibilité de variation de cet équilibre le long d'un joint de grain et montre l'action qui en résulte sur les parois des grains de halite.

A basse température, à l'équilibre, la vapeur d'eau s'adsorbe voire même, si l'équilibre capillaire le permet, se condense sur les parois d'un joint ouvert ce qui contribue à la formation d'un film de saumure. Ce contact halite-saumure permet le déclenchement des mécanismes de dissolution sous pression au niveau des jonctions solides entre les deux cristaux de halite séparés par le joint de grains et permet un transfert de matière d'un endroit à l'autre au travers du film de saumure. Dans le cas d'un joint dont l'épaisseur est très faible ou encore dans le cas de vides à faible rayon de courbure, les équilibres capillaires peuvent empêcher l'évaporation de la saumure permettant ainsi la condensation de la vapeur d'eau dans les ménisques.

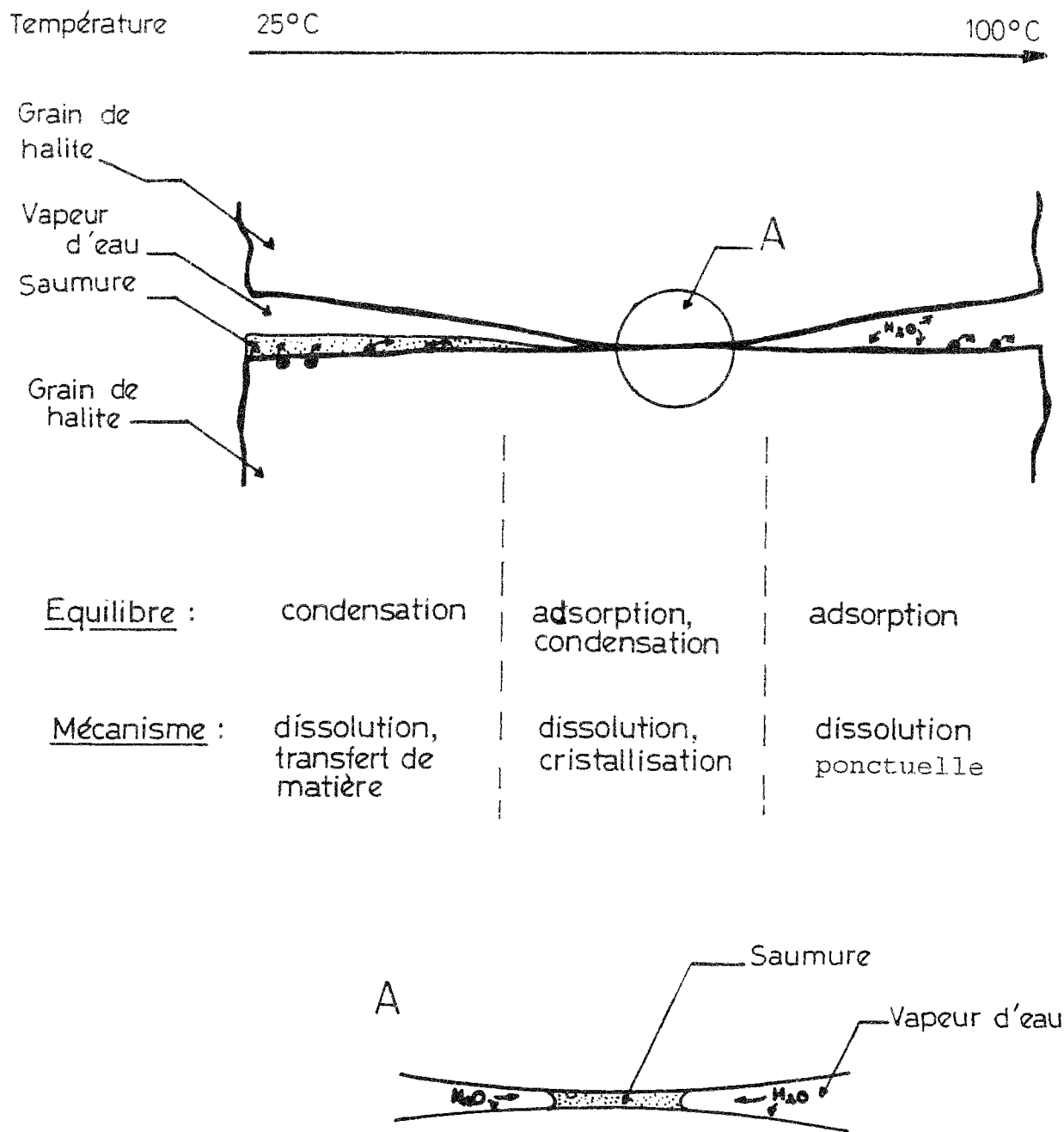


Figure 64 : Représentation schématique de l'influence du couple température-humidité dans un joint d'épaisseur variable entre deux cristaux de halite.

A. équilibre capillaire

A haute température, dans le joint ouvert l'évaporation est totale et la vapeur d'eau est en contact avec la halite. De cette vapeur, les molécules d'eau viennent s'adsorber sur la paroi de la halite contribuant éventuellement à un déplacement d'atomes de NaCl à très petite échelle.

4. Conclusions.

Les réponses microstructurales et texturales des échantillons aux variations du couple température-humidité déterminent les mécanismes qui contrôlent la déformation du sel gemme. La ductilité des cristaux de sel gemme est fortement influencée par leur contenu en inclusions solides et/ou liquides. L'action de l'humidité sur le sel de dôme se traduit au niveau des joints par le mécanisme de lubrification-glissement contrôlé par la morphologie des joints de grains. Dans le sel laiteux, l'accommodation à un cisaillement local provoqué est facilement réalisée d'une part par la déformation plastique au voisinage des joints de grains et d'autre part par la diffusion de matière par dissolution-cristallisation.

L'hydratation de l'anhydrite en gypse, l'hydrolyse de la halite et la thermomigration des fluides sont des mécanismes indésirables qui résultent de l'action du couple température-humidité. Il est indispensable de considérer l'impact de ces mécanismes sur la déformation du sel gemme à l'échelle du massif notamment dans le cas d'une galerie de stockage souterrain de déchets radioactifs. C'est l'objet du dernier chapitre.

Chapitre 7

Apport de l'étude à la prévision de la répartition et de l'évolution des mécanismes de déformation du sel gemme autour d'une galerie en présence de chaleur et d'humidité.

L'étude expérimentale réalisée prend en compte le couplage des principaux paramètres qui sont censés agir dans un massif de sel gemme autour d'une galerie ou un puits dont les parois sont en présence de chaleur et d'humidité comme c'est le cas par exemple dans une galerie de stockage de déchets radioactifs. L'interprétation des résultats expérimentaux a permis d'identifier les principaux mécanismes qui régissent la déformation de différents types de sel gemme dans de telles conditions. Bien que ces mécanismes aient été déterminés sur des échantillons de petites dimensions présentant quelques artefacts et dans des conditions d'essais de laboratoire, ils fournissent cependant des éléments qui peuvent aider à la prévision du comportement du sel gemme à l'échelle d'une galerie souterraine de stockage. Cette approche est inspirée d'une application d'un type voisin aux tunnels par Cristescu et Hunsche (1993).

D'un point de vue mécanique, l'excavation d'une galerie dans un massif de sel gemme conduit à l'apparition autour de cette galerie de trois domaines de déformation dont le comportement sous l'action de la température et l'humidité est différent. A partir de l'axe de la galerie on rencontre successivement un domaine de rupture, un domaine dilatant et un domaine compressible (fig. 65). L'épaisseur de ces zones dépend essentiellement de la profondeur de la galerie et éventuellement de la température. A titre indicatif l'épaisseur du domaine de rupture est environ deux tiers du rayon de la galerie et l'épaisseur du domaine dilatant est plus de deux fois le rayon de la galerie. Pour des conditions identiques de température et d'humidité l'évolution prévisible de la déformation à l'intérieur de chacun de ces trois domaines est fonction du type de sel gemme constituant le massif et particulièrement de ses caractéristiques texturales et microstructurales.

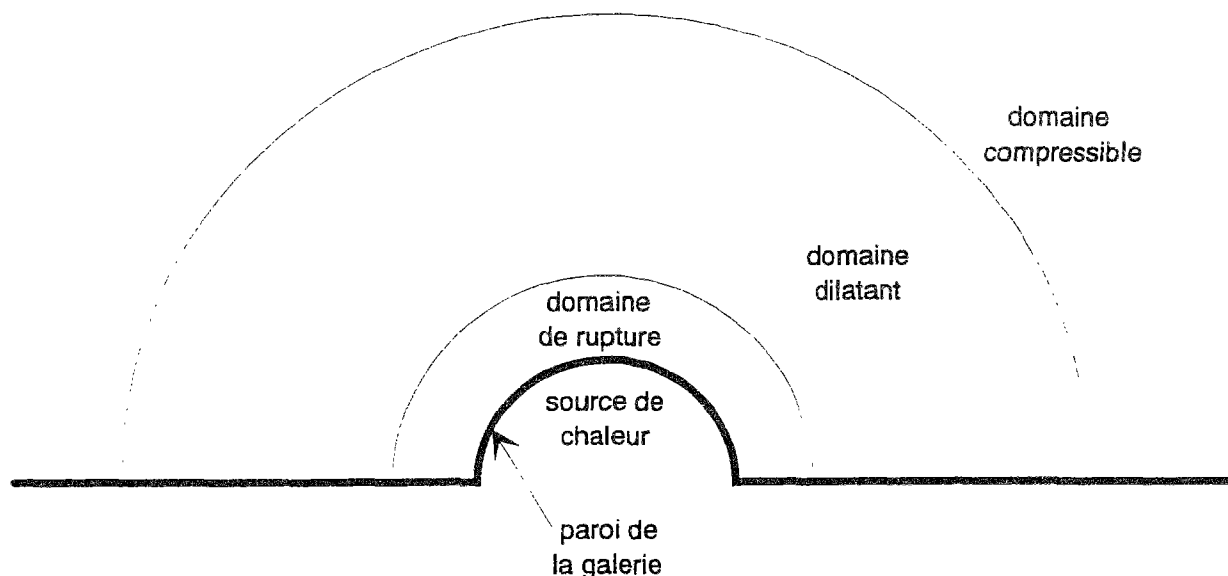


Figure 65 : Représentation schématique des domaines de déformation d'un massif de sel gemme autour d'une galerie en présence de chaleur et d'humidité (d'après Cristescu et Hunsche, 1993).

Les figures 66, 67 et 68 représentent de façon schématique les évolutions prévisibles pour chacun des trois types de sel gemme étudiés: sel laiteux et phénoblastique du Bassin Bressan et sel de dôme de la mine d'Asse.

1. Sel laiteux du Bassin Bressan.

La figure 66 est une représentation schématique des différents mécanismes de déformation qui sont susceptibles d'agir autour d'une galerie dans le sel laiteux. La zone de rupture définie en figure 65 est vraisemblablement imparfaitement définie et la fissuration distribuée de façon hétérogène pour des raisons discutées auparavant (rugosité des joints, interpénétration des grains de halite, granulométrie, etc.). Dans ce domaine l'humidité de l'atmosphère joue un rôle important. Son action au niveau des joints de grains se traduit par un cisaillement accommodé le plus souvent par des glissements grain sur grain, des ouvertures de joints et une déformation plastique au voisinage des joints. Cependant la forte ductilité de la halite et la solidité des jonctions entre grains voisins favorisent localement le développement de la microstylolisation au niveau de certaines jonctions où se concentrent les contraintes. La migration des inclusions fluides intracrystallines est très active sous l'effet d'un fort gradient thermique. Ces inclusions fluides se déversent dans les joints de grains ouverts sans pouvoir toutefois les remplir totalement du fait de la grande différence entre les volumes mis en jeu. Au niveau de ces joints ouverts, dans la partie la plus chaude du massif où l'évaporation est active, en raison de la grande surface de contact entre la vapeur d'eau et la halite, la réaction d'hydrolyse du NaCl donne lieu à un dégagement de HCl.

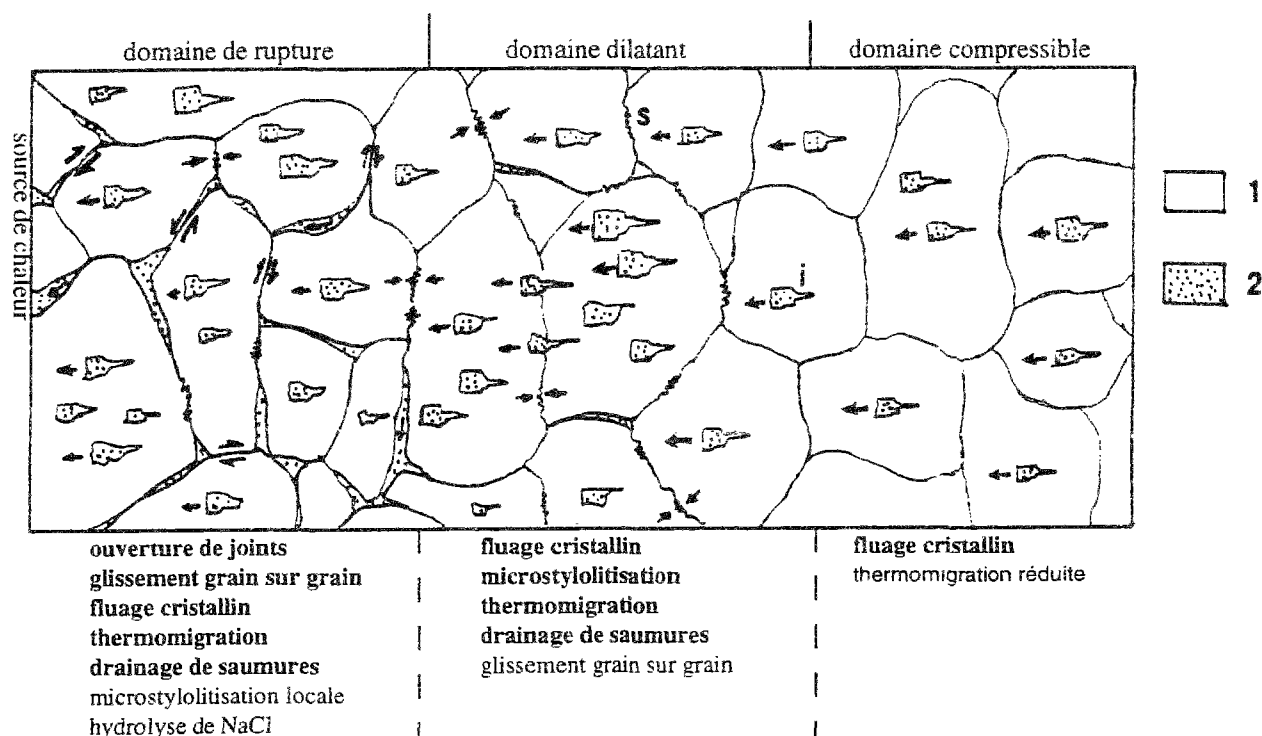


Figure 66 : Représentation schématique de la répartition des mécanismes de déformation d'un massif de sel laiteux autour d'une galerie dont les parois sont en présence de chaleur et d'humidité.

1. halite; 2. saumures

i: inclusion fluide; s: microstylolite

Dans le domaine dilatat, le mécanisme de fluage par glissement de dislocations est actif, conditionné par la forte ductilité des cristaux et le confinement relatif de ce domaine. L'humidité de l'atmosphère parvient à pénétrer les joints de grains partiellement ouverts et contribue à la saturation de ceux-ci par la reconstitution de films de saumure. Ces saumures intercrystallines déclenchent le processus de dissolution-cristallisation qui se manifeste par le développement de la microstylolitis au niveau des joints de grains qui subissent une compression. Par ailleurs ces saumures favorisent la thermomigration des fluides à plus grand échelle: les inclusions fluides intracrystallines en migration parviennent à traverser les joints de grains saturés. D'après Le Cléac'h (1991) la vitesse de migration des inclusions fluides dans le sel laiteux est proportionnelle à la surface de leur faces chaudes là où se produit la dissolution de la halite. Pour un gradient thermique moyen de $2^{\circ}\text{C.cm}^{-1}$, la vitesse est (en $\mu\text{m/h}$) : $V = 4,2.10^{-6}a^2$, a étant la longueur initiale de la face chaude exprimée en μm . Les fluides intercrystallins tendent à se mobiliser et à migrer dans le milieu poreux. Tous ces mouvements de fluides pourraient conduire à un transfert de saumures vers le domaine de rupture où elles peuvent ensuite s'évaporer.

Dans le domaine compressible le fluage par migration de dislocations de la halite est le mécanisme qui domine. Il est favorisé par la forte ductilité des cristaux, le confinement total du domaine et une texture polycristalline très favorable. La dissolution-cristallisation est active au niveau des joints de grains saturés en saumures. La migration des inclusions fluides continue à se faire mais à vitesse moyenne très petite étant donné que le gradient thermique s'affaiblit en fonction de la distance à la source de chaleur.

2. Sel phénoblastique du Bassin Bressan.

La figure 67 représente schématiquement la répartition probable des mécanismes de déformation d'un massif de sel phénoblastique autour d'une galerie. Dans la zone de rupture la dégradation du matériau est rapide et intense. L'hétérogénéité mécanique et le contraste des dilatations thermiques entre les différents minéraux accentuent la microfissuration et les ouvertures de joints de grains ce qui fragilise le matériau et conduit à l'augmentation de sa porosité et de sa perméabilité. Par ailleurs dans les zones riches en matrice carbonatosulfatée microporeuse en plages bien individualisées, l'hydratation de l'anhydrite se déclenche sous l'influence de la température assez élevée et de l'humidité de l'atmosphère qui pénètre le milieu poreux. La naissance des cristaux de gypse s'accompagne d'un gonflement qui selon la teneur en anhydrite peut conduire à une dégradation intense des parois de la galerie.

Dans les zones riches en matrice carbonatosulfatée en plages à contours diffus et à halite d'imprégnation, la rupture est beaucoup plus lente et affecte beaucoup moins la matrice. Elle se manifeste par des ouvertures de joints et des glissements grain sur grain favorisés par la faible ductilité de la halite qui contient de nombreuses inclusions solides.

Si localement on peut délimiter les deux zones précitées et différencier leur comportement respectif, à l'échelle du massif cette répartition semble assez aléatoire. On doit s'attendre à ce que la déformation totale soit la résultante des deux mécanismes. Dans tous les cas il est nécessaire de prendre en compte la pression de gonflement due à l'hydratation de l'anhydrite en gypse.

Dans le domaine dilatat, la déformation plastique des phénoblastes est favorisée par une augmentation de confinement dans ce domaine. Cependant l'hydratation de l'anhydrite est assez probable sous l'effet de l'humidité. Les inclusions fluides intracrystallines présentes dans les phénoblastes migrent sous l'action du gradient thermique. Localement la direction de migration est variable mais à l'échelle du massif on peut penser que les fluides migrent globalement vers la source de chaleur. Les quantités de saumures mises en jeu sont cependant plus faibles que dans le sel laiteux et la vitesse de migration est inférieure.

Dans le domaine compressible le fluage de la halite est le mécanisme de déformation qui prédomine conduisant à une déformation plus homogène que dans les autres domaines. cette déformation s'accompagne néanmoins d'une microfissuration au sein des phases non halitiques.

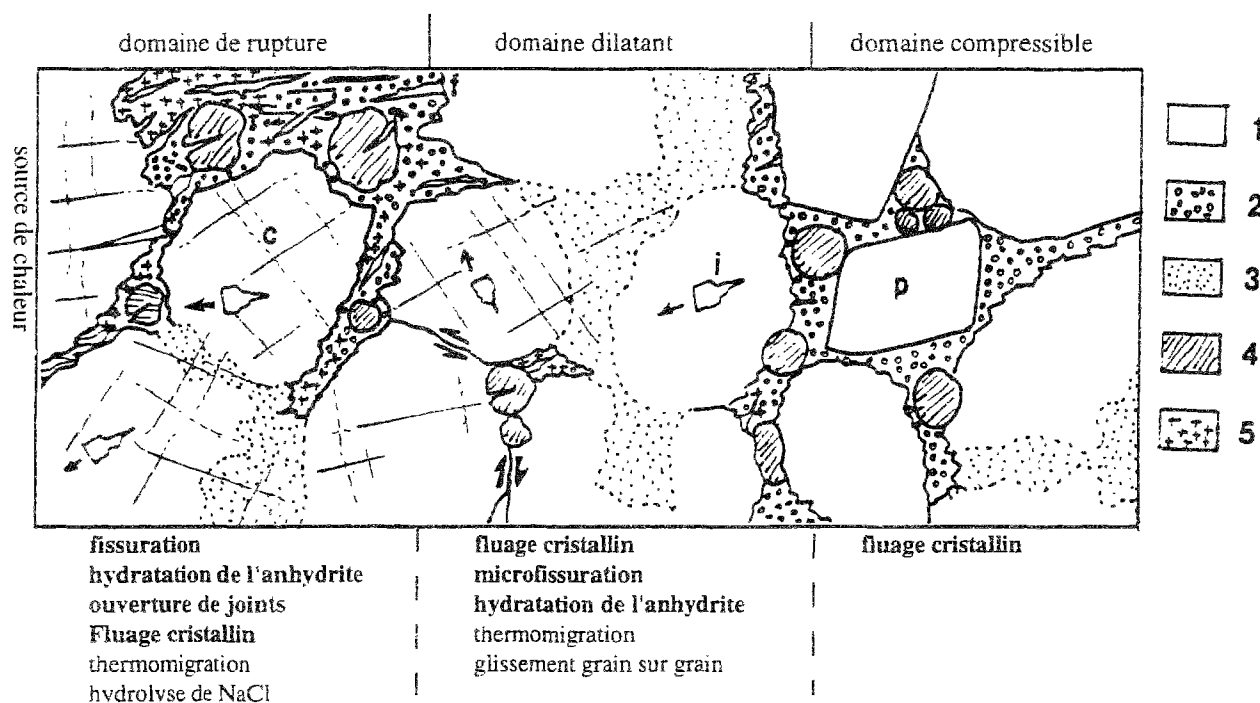


Figure 67 : Représentation schématique de la répartition probable des mécanismes de déformation d'un massif de sel phénoblastique autour d'une galerie en présence de chaleur et d'humidité.

1. halite
 2. matrice carbonato-sulfatée microporeuse
 3. matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation
 4. nodule d'anhydrite
 5. gypse
- p: phénoblaste; i: inclusion fluide; c: clivage

3. Sel de dôme de la mine d'Asse

La figure 68 est une représentation schématique de la répartition probable des mécanismes de déformation d'un sel de dôme tel que celui provenant de la mine d'Asse. A proximité de la galerie la rupture est facilitée en raison des caractéristiques texturales et microstructurales discutées auparavant (inclusions solides, planéité des joints de grains, dimensions, anisotropie de forme). Elle se manifeste par un comportement fragile (ouvertures de joints de grains et glissements grain sur grain) favorisé par la présence de l'humidité. Dans les joints ouverts, les baguettes d'anhydrite s'hydratent en gypse et l'hydrolyse de la halite par la vapeur d'eau est probable à haute température.

Dans le domaine dilatant le fluage des cristaux de halite est actif mais vu que ce domaine reste accessible à l'humidité les glissements grain sur grain persistent. La dissolution-cristallisation est probable localement au niveau de joints de grains contenant une quantité suffisante de saumures mais la contribution de ce mécanisme à la déformation totale demeure très limitée.

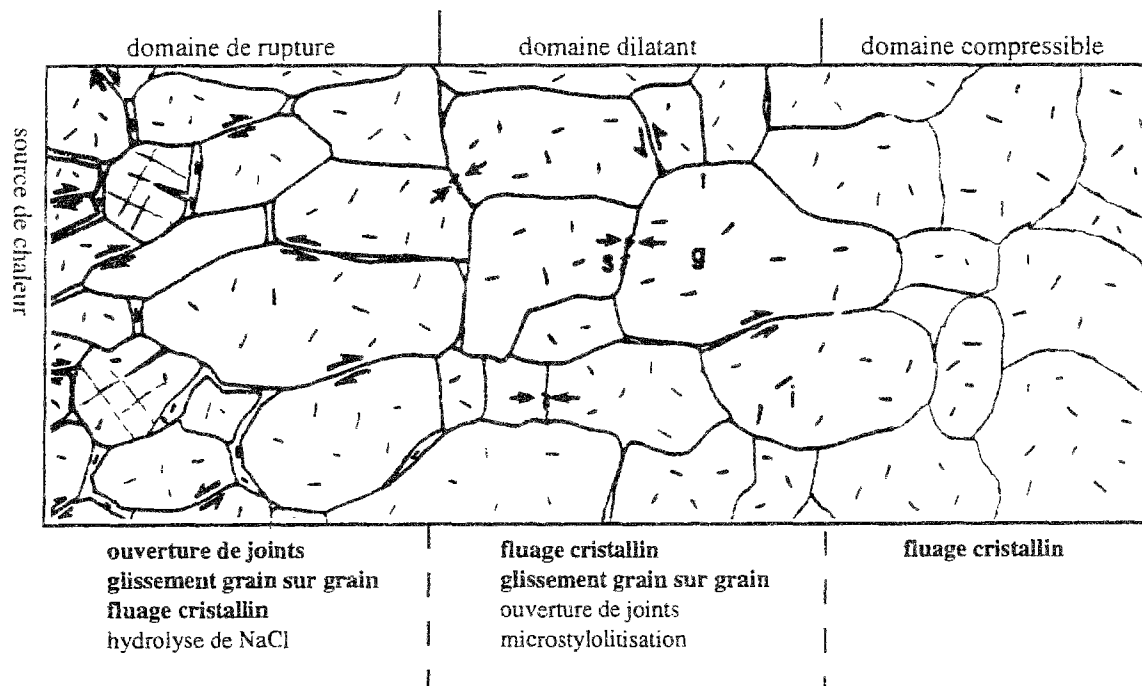


Figure 68 : Représentation schématique de la répartition probable des mécanismes de déformation d'un massif de sel de dôme autour d'une galerie en présence de chaleur et d'humidité.

g: grain de halite s: microstylolite

Dans le domaine compressible le fluage thermomécanique par déformation plastique des cristaux de halite est le mécanisme prépondérant malgré la faible ductilité due aux inclusions solides. La parfaite fermeture des joints de grains et le très faible contenu en saumures réduisent au minimum les glissements au niveau des joints de grains, la déformation est homogène.

4. Conclusions.

Les résultats de l'étude expérimentale fournissent des éléments essentiels susceptibles d'aider à la prévision de la répartition et de l'évolution des mécanismes de déformation du sel gemme autour d'une galerie souterraine en contact avec la chaleur et l'humidité. Trois zones de déformation sont à distinguer autour d'une telle galerie: le domaine de rupture, le domaine dilatant et le domaine compressible

Si d'un point de vue thermomécanique le sel laiteux présente un comportement favorable dans les domaines de rupture et de dilatance, la thermomigration des fluides active sur l'ensemble du massif laisse penser à des possibilités de transfert de saumures vers l'intérieur de la galerie. Inversement le sel de dôme présente un comportement avec une composante fragile défavorable à proximité de la galerie. Plus loin dans le domaine de confinement la déformation plastique devrait être cependant très homogène.

Le sel phénoblastique présente un comportement hétérogène dans les domaines de rupture et de dilatance où la fissuration de la phase non halitique et le gonflement dûs à l'hydratation de l'anhydrite en gypse sont très défavorables.

CONCLUSIONS GENERALES

Cette étude avait pour objectif d'appréhender le rôle de l'humidité dans le comportement thermomécanique du sel gemme. La méthode utilisée est basée sur l'analyse texturale de la déformation. Elle consiste à suivre par observation l'évolution d'éléments et paramètres texturaux de l'échantillon au cours de sa déformation sous des conditions de contraintes, de température et d'humidité imposées. Le but est d'identifier les micromécanismes de déformation du sel gemme en présence d'humidité. On s'est attaché également à mettre en évidence les éventuelles différences entre le comportement du sel en conditions "humides" et en conditions "sèches".

L'observation de l'échantillon est rendue possible par l'utilisation de la microcellule CGI qui permet de suivre visuellement la déformation d'une lame de sel gemme de 5mm d'épaisseur, 50 mm de longueur et 40 mm de largeur freinée entre deux lames de verre et soumise à un effort de compression s'exerçant sur ses faces les plus petites. L'étude expérimentale a été réalisée sur des échantillons de sel laiteux et phénoblastique provenant du Bassin Bressan et des échantillons de sel recristallisé, de dôme, de la mine d'Asse. Une adaptation de la microcellule CGI a été nécessaire afin de pouvoir conduire les essais en atmosphère à humidité imposée. Les paramètres ainsi contrôlés durant ces essais sont la contrainte principale, la température (avec ou sans gradient) et le degré d'humidité ambiante. Ces conditions imposées sont sensées se rapprocher de manière réaliste des conditions susceptibles de se réunir à proximité d'une galerie de stockage de déchets radioactifs en massif salifère. Les essais comportent deux phases: une phase dite sèche, puis une phase dite humide. Ce déroulement en deux phases a été choisi afin de bien séparer les effets de la sollicitation thermomécanique de ceux de la sollicitation hygrométrique.

Les courbes de déformation montrent qu'une augmentation même faible du degré d'humidité relative se traduit toujours par une phase de fluage transitoire dont la vitesse et l'amplitude dépendent non seulement de l'incrément du degré d'humidité mais également de la texture de l'échantillon, de l'état de contrainte et de la température. Cette phase de fluage transitoire rapide est suivie d'un fluage stationnaire à vitesse de déformation constante. Pour des conditions identiques de température et de pression cette vitesse est généralement supérieure à celle du fluage stationnaire qui précède l'élévation du degré d'humidité.

Quand on considère la déformation globale des différents types de sel gemme en atmosphère humide, on constate que le fluage transitoire est plus lent pour le sel laiteux ou le sel de dôme que pour le sel phénoblastique et qu'il est plus rapide pour le sel de dôme de la mine d'Asse que pour le sel laiteux du Bassin Bressan. Si on rapporte la déformation transitoire au taux de déformation totale de l'échantillon en phase humide, on constate que le fluage transitoire est plus important dans le sel de la mine d'Asse que dans le sel laiteux du Bassin Bressan.

De manière générale, les zones riches en halite laiteuse sont plus sensibles à l'humidité que celles riches en halite limpide. Le sel phénoblastique présente quant à lui un comportement variable qui semble fortement lié à la composition des plages non-halitiques. Par ailleurs le sel de dôme de la mine d'Asse semble être plus sensible à l'influence de l'humidité que le sel laiteux du Bassin Bressan.

Les réponses texturales et microstructurales des échantillons aux variations du couple température-humidité déterminent la nature et l'ampleur des mécanismes de déformation. D'un point de vue microstructural, le contenu des cristaux en inclusions fluides et/ou solides exerce une grande influence sur leur ductilité. Tandis que dans le sel limpide les cristaux se déforment à la manière d'un cristal parfait de halite, dans le sel laiteux les parois d'inclusions fluides, en agissant de manière active à la fois comme sources et puits de dislocations, augmentent notablement la ductilité du cristal. Cette ductilité est d'autant plus forte que le cristal est riche en inclusions fluides et elle est d'autant plus homogène que ces inclusions sont uniformément réparties dans le volume cristallin ce qui est le cas des cristaux du sel hyperlaiteux. Inversement, dans les cristaux du sel de dôme ou du sel phénoblastique, les inclusions solides constituent des obstacles au glissement des dislocations et affaiblissent donc la ductilité des cristaux.

La texture de l'échantillon joue un rôle important. L'humidité agit préférentiellement au niveau des joints de grains où elle peut s'adsorber ou se condenser. Ceci permet le déclenchement de certains mécanismes de déformation spécifiques qui ne peuvent se développer qu'en conditions humides. Dans les échantillons de sel laiteux et de sel de dôme les observations effectuées lors des phases de fluage transitoire montrent que la morphologie et l'état de surface des joints entre grains de halite sont les paramètres déterminants. La grande planéité et la très faible rugosité des joints de grains du sel de dôme implique une faible résistance au cisaillement et à la traction des joints de grains par élimination des points de contacts "durs" du fait de l'action de l'humidité. Ceci favorise un comportement extrêmement dilatant et plutôt fragile où prédominent les glissements grain sur grain et les ouvertures des joints de grains.

Dans le sel laiteux du Bassin Bressan, la rugosité des joints et les jonctions solides fortes et nombreuses entre grains voisins empêchent le glissement grain sur grain et réduisent les possibilités d'ouverture des joints de grains. Le cisaillement d'un couple de grains de halite se traduit par une déformation plastique en "bande de cisaillement" de la halite située au voisinage immédiat du joint entre les deux grains. Il semble qu'en présence d'humidité la mobilité des dislocations soit très grande au voisinage des joints de grains, ceux ci jouant de manière active comme sources et puits de dislocations.

Les films de saumures qui se reconstituent progressivement au niveau des joints de grains sous l'action de l'humidité déclenchent d'autres modes de déformations et notamment ceux basés sur le mécanisme de dissolution-cristallisation qui se manifeste par la microstylolitisation des joints de grains. Ce mécanisme semble assez mineur, dans nos conditions d'essai, pour le sel de dôme. En effet dans ce type de sel, le comportement dilatant mis en évidence ne favorise pas la microstylolitisation des joints de grains qui n'a été observée que de façon très exceptionnelle. Par contre la microstylolitisation des joints de grains semble beaucoup plus fréquente dans le sel laiteux et ce mécanisme doit intervenir de façon notable dans le fluage stationnaire. Ceci expliquerait que la vitesse de fluage stationnaire en conditions humides soit notablement supérieure à celle mesurée en conditions sèches.

La reconstitution d'un film quasi continu de saumures par imposition d'un degré élevé d'humidité relative a également une influence certaine sur la migration des inclusions fluides dans le sel laiteux en présence d'un gradient thermique. On a ainsi pu observer lors de l'essai réalisé avec gradient thermique que des inclusions fluides de grandes dimensions parvenaient à traverser des joints de grains sans changement notable de volume. Les grandes inclusions absorbant sur leur passage les inclusions plus petites, ceci permet de penser qu'il puisse y avoir des possibilités non négligeables de drainage d'une proportion élevée de saumures contenues dans une certaine épaisseur de parois de sel laiteux vers l'intérieur de galeries ou de puits où serait entreposée une puissante source de chaleur. Une quantification du phénomène serait intéressante.

Dans le sel phénoblastique une influence très importante du couple humidité-température sur les phases non halitiques contenant de l'anhydrite a été mise en évidence. Cette action est d'autant plus importante que ces phases sont perméables à l'air humide. Sous l'effet d'un fort degré d'humidité et d'une assez forte température l'anhydrite s'hydrate assez facilement en gypse. Cette transformation s'accompagne d'une augmentation de volume qui se traduit par l'apparition d'une fissuration prononcée des plages de matrice carbonatosulfatée. En fin d'essai certains échantillons de sel phénoblastique sont très fortement endommagés et ne possèdent plus qu'une cohésion très réduite. Les zones de sel phénoblastique à plages de matrice carbonatosulfatée microporeuse à contours bien définis et pauvre en halite dite "d'imprégnation" sont beaucoup plus affectées par ce phénomène que les zones de sel phénoblastique à plages de matrice carbonatosulfatée à contours diffus et fortement imprégnée de halite. Dans une séquence de sel phénoblastique type dans laquelle les deux types de matrices coexistent on peut penser que la déformation sera hétérogène et dépendra de la continuité de la matrice microporeuse perméable à l'air humide.

Les caractéristiques microstructurales des grains de halite individuels ne suffisent pas pour expliquer leur déformation sous l'action du couple température-humidité. En effet à l'échelle des plages polycristallines de halite, d'autres paramètres texturaux jouent également un rôle important. Ce sont principalement la granulométrie, la morphologie et l'anisotropie cristalline.

Dans le sel laiteux, le bon classement des grains de halite, leur forme ainsi que l'anisotropie d'orientation cristalline entraîne une bonne accommodation de la déformation entre les grains ce qui favorise davantage le développement des mécanismes plastiques. Dans le sel hyperlaiteux, l'extension de la surface d'ancrage entre cristaux de halite réduit le domaine accessible à l'humidité. Dans le sel de dôme, les formes anguleuses, les faibles dimensions et le mauvais classement des grains de halite ainsi que leur orientation préférentielle accentuent le comportement fragile du matériau.

Les mécanismes de déformation mis en évidence dans les conditions de nos essais et à l'échelle de nos échantillons fournissent des éléments essentiels susceptibles d'aider à la prévision de la répartition et de l'évolution probable des mécanismes de déformation du sel gemme autour d'une galerie souterraine contenant une source de chaleur, par exemple, une galerie de stockage de déchets radioactifs. Trois zones de déformation sont à distinguer autour d'une telle galerie: le domaine de rupture, le domaine dilatant et le domaine compressible.

Si d'un point de vue thermomécanique le sel laiteux présente un comportement favorable dans les domaines de rupture et de dilatance, la thermomigration des fluides active sur l'ensemble du massif laisse penser à des possibilités de transfert de saumures vers l'intérieur de la galerie. Le sel de dôme présente quant à lui, un comportement fragile défavorable à proximité de la galerie mais plus loin dans le domaine de confinement la déformation est du type plastique et homogène. Le sel phénoblastique présente un comportement hétérogène dans les domaines de rupture et de dilatance où la fissuration de la phase non halitique et le gonflement dus à l'hydratation de l'anhydrite en gypse sont très défavorables.

BIBLIOGRAPHIE

- ALLEMANDOU X., CHEMIN P., LE GUEN C., VAN HASSELT B., BILLIOTTE J., DEVEUGHELE M., DU MOUZA J., LE CLEAC'H J.M. 1991:
Study during thermomechanical tests of the textural evolution and of the micromechanisms of rock salt deformation (Bressan Basin).
7^{ème} Congrès International de Mécanique des Roches, Aix-la Chapelle, Septembre, Vol. 3.
- AUBERTIN M. 1993:
On the physical origin and modelling of kinematic and isotropic hardening of salt.
3rd Conference on the Mechanical Behaviour of Salt, Plaiseau, September 14-16.
- BEEMAN M.L., KOHLSTEDT D.L. 1988:
Dislocation density: stress relationships in natural and synthetic sodium chloride.
Tectonophysics, vol. 149, pp 147 - 161.
- BONTE A., CELET P. 1967:
Sur une transformation de la polyhalite en gypse.
Soc. Geol. du nord, pp 53 - 66.
- BOUCHER M., BOULANGER D., SAINTIVES J.P., KUNTZ P. 1979:
Lacunae and inclusions in the halite from Valence and Bresse saliferous Basins.
Fifth symposium on salt vol.1, Northern Ohio Geological Soc., INC, pp 22 - 30.
- CARRIO-SCHAFFHAUSER E., RAYNAUD S., LATIERE H.J., MAZEROLLE F. 1990:
Propagation and localization of stylolites in limestones.
Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics. Geological Society Special publication, n° 54, pp 193 - 199.
- CARTER N.L., HANSEN F.D. 1983:
Creep of rock salt.
Tectonophysics, vol. 92, pp 275 - 333.
- CARTER N.L., KRONENBERG A.K., ROSS J.V., WILTSCHKO D.V. 1990:
Control of fluids on deformation of rocks.
Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics. Geological Society Special publication, n° 54, pp 1 - 13.
- CHARPENTIER J.P. 1984:
Fluage du sel gemme en température (moyens d'essais et résultats expérimentaux).
Journée sur le sel 1^{er} mars 1984 Ec. Polytechnique pp 137 - 149.
- CHARPENTIER J.P., BEREST P. 1985:
Fluage du sel gemme en température - moyens d'essai et résultats.
Revue Générale de thermique n° 284 - 285, pp 685 - 687.
- CHAYE D'ALBISSIN M., BLANC PH., BERGUES J. 1984:
Mécanismes de déformation d'un sel de Bresse soumis à des essais de fluage en température.
Journée sur le sel 1^{er} mars 1984 Ec. Polytechnique, pp 241 - 256.
- CHEMIN P., 1990:
Etude du rôle des inclusions fluides dans les mécanismes de déformation des roches halitiques. Application aux formations salifères du bassin bressan.
Thèse de doctorat en géologie de l'Ingénieur, ENPC, 28 novembre, 213p.
- COSENZA P., GHOREYCHI M. 1993:
Coupling between mechanical behavior and transfer phenomena in salt.
3rd Conference on the Mechanical Behaviour of salt, Palaiseau, September 14-16.

CRISTESCU N.D., HUNSCHE U. 1993:

A comprehensive constitutive equation for rock salt: determination and application.
3rd Conference on the Mechanical Behaviour of salt, Palaiseau, September 14-16.

CURIAL A., GEISLER - CUSSEY D., KIENER M., MASSON D., MORETTO R. 1985:
Etude pétrographique et géochimique de grandes accumulations évaporitiques du trias et du paléogène français. 1^{ère} partie: Le trias évaporitique de l'Est de la France et le paléogène salifère de Bresse.

Laboratoire de géologie du muséum, Paris GRECO 52 - 5.

CURIAL A. 1986a:

La sédimentation salifère et suprasalifère du paléogène bressan (France), comparaison entre les données diagaphiques et lithologiques - étude diagaphique du champs d'Etrez et synthèse du bassin.

Thèse de l'université Claude Bernard - Lyon - GRECO 52 -11.

CURIAL A. 1986b:

Les dissolutions dans la partie supérieure du salifère de Bresse (SE de la France). Chronologie, extension et mécanismes.

Rev. de Géol. dyn. et de Géogr. phys. vol. 27 fasc.34, pp 225 - 235.

DIEKMANN N., HUNSCHE U., MEISTER D. 1986:

Über das geomechanische Verhalten von Steinsalz bei erhöhten Temperaturen.

Z. dt. Geol. Ges. 137, Hannover, pp 29 - 46.

DUMAS D. 1986:

La sédimentation paléogène dans le fosse salifère de Valence: géométrie des dépôts et aperçu des mécanismes sédimentaires.

Géologie de la France n° 4, pp 399 - 416.

DUONG H., WOLFENSTINE J. 1992:

Creep behavior of single crystalline KCl.

Phys. Stat. Sol. (A). vol. 129, pp 379 - 387.

DURNEY D.W. 1972:

Solution transfer, an important geological deformation mechanism.

Nature, vol. 235, February 11, pp 315 - 317.

DURNEY D.W. 1976:

Pressure-solution and crystallisation deformation.

Phil. Trans. R. Soc. Lond. A., vol. 283, pp 229 - 240.

FRANSSEN R.C.M.W., SPIERS C.J. 1990:

Deformation of polycrystalline salt in compression and in shear at 250-350°C.

Deformation mechanisms, Rheology and Tectonics. Geological Society Special publication, n° 45; pp 201 - 213.

GATIER J.P., 1984:

La déformation des roches par dissolution-cristallisation (aspects naturels et expérimentaux de ce fluage avec transfert de matière dans la croûte supérieure).

Thèse de Doctorat de l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble.

GREENSPAN L. 1977:

Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions.

Journal of Research of the National Bureau of Standards, Vol. 81A, N°. 1, January-February.

- GUILLAUME S. 1993:
Caractéristiques ultrasonores et évolutions texturales de roches salifères du Bassin Bressan sous sollicitations thermiques et mécaniques.
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur, ENSMP, 5 Juillet, 156p.
- GUILLOPE M., POIRIER J.P. 1979:
Dynamic recrystallization during creep of single crystalline halite - an experimental study.
Journ. of Geoph. research - sept.10 vol.84 n°B10, pp 5557 - 5567.
- GUILLOPE M., POIRIER J.P. 1980:
A model for stress induced migration of tilt grain boundaries in crystals of NaCl structure.
Acta Metallurgica vol.28, pp 163 - 167.
- HANSEN F. 1987:
Physical and mechanical variability of natural rock salt.
Bull. of the Association of Engineering Geologists vol.XXIV n°2, pp 227 - 234.
- HARRIS L.B., FIASSON J. 1980:
Surface recrystallization in calcium-doped NaCl crystals.
Journal of Materials Science, vol 15, pp 1456 - 1462.
- HARRIS L.B., BEWLAY S.L., 198:.
Diffusion of water in NaCl bicrystals.
Phys. Stat. Sol. Vol 79, pp 243 - 250.
- HUNSCHE U., SCHLUZE, O. 1993:
Effect of humidity and confining pressure on creep of rock salt.
3rd Conference on the Mechanical Behaviour of salt, Paliseau, September 14 - 16.
- KINGERY W.D. 1960:
Plastic deformation of NaCl structure crystals.
In "Introduction to ceramics." John Wiley & sons, INC., pp 553 - 565.
- LADANYI B., GILL D.E. 1983:
In situ determination of creep properties of rock salt.
Int. Congress on Rock Mechanics, Melbourne, pp A219 - A225.
- LANGBEIN R., SCHMIDT V. 1991:
New techniques for detecting sedimentary fabrics in evaporite rocks.
sedimentary Geology, vol. 72, pp 147 - 155.
- LANGER M. 1986c:
Rheology of rock salt and its application for radioactive waste disposal purposes.
Proc. Int. Symp. on engineering in complex rock formation, Peking, pp 1 - 19.
- LEBRUN P., 1993:
Evolution des caractéristiques pétrophysiques de roches salifère sous sollicitations thermomécaniques.
Thèse de doctorat en Géologie de l'ingénieur, ENSMP, 30 novembre, 163p.
- LE CLEAC'H J.M., VAN HASSELT B., CHEMIN P., DEVEUGHELE M., ARNOULD M., BRULHET J. 1991:
Relation texture-comportement de roches halitiques.
7^{ème} Congrès International de Mécanique des Roches, Aix-la Chapelle, Septembre, 4p.
- LE CLEAC'H J.M., VAN HASSELT B., DEVEUGHELE M., ARNOULD M. 1992:
Etude des micromécanismes de la déformation des roches halitiques.
Colloque Ren Houpert, Structure et Comportement des Géomatériaux, Nancy, Septembre, 6p.

- LE CLEAC'H J.M., GHAZALI A., DEVEUGHELE M., BRULHET J. 1993:
Experimental study of the role of humidity on the thermomechanical behaviour of various halitic rocks.
3rd Conference on the Mechanical Behaviour of Salt, Palaiseau, Septembre, 6p.
- LE GUEN C. 1991:
Mesure de la perméabilité de roches très peu perméables et étude de son évolution sous sollicitations thermomécaniques. Application aux roches salifères du Bassin Bressan.
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur, ENSMP, 17 décembre, 156p.
- LIEZENBERG J.L., SPIERS C.J., PEACH C.J. 1987:
A thermo-mechanical data base for rock types expected in and around permian evaporite bodies in the Netherlands.
OPLA program phase 1, jan.
- LIU XIONG, HUNSCHE U. 1984:
Creep behavior of salt under true triaxial stress.
Vortrag "second conf. on the mechanical behavior of salt.", Hannover sept.
- MASSON D. 1983:
Le stampien salifère du fosse bressan. Etude pétrographique et sédimentologique à travers le sondage EZ 53 recoupant cet horizon salifère.
Mémoire de DEA université de Paris XI Orsay GRECO 52.
- MORETTO R. 1986:
Etude sédimentologique et géochimique des dépôts de la série salifère paléogène du bassin de Bourg en Bresse.
Thèse de doctorat université de Nancy I.
- MOUTALIB L.V. 1992:
Etude de la texture et de la forme d'objets géologiques par analyse d'images. Application aux roches salifères du Bassin Bressan.
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur, ENSMP, 9juillet, 184p.
- PHARR G.M., ASHBY M.F. 1983:
On creep enhanced by a liquid phase.
Acta metall, vol. 31, pp. 129 - 138.
- PEACH C.J., SPIERS C.J., TANNINK A.J., ZWART H. 1985:
The influence of fluid rock interaction on the rheology of salt rock and on ionic transport in the salt.
Periodic report WAS - 153 - 80 - 7 N(N) jan. 1984 - Juin 1985, RU Utrecht The Netherlands.
- POIRIER J.P. 1971:
Contribution à l'étude physique du fluage des solides - fluage à haute température de monocristaux de sodium.
Thèse de doctorat université Paris Sud.
- POUYA A. 1991:
Comportement rhéologique du sel gemme. Application à l'étude des excavations souterraines.
Thèse de docteur en Structure et Matériaux, ENPC.
- RAGAI J. 1988:
Surface and bulk properties of ancient egyptian mortars. Part III: X-ray, diffraction studies.
Cement and Concrete Research, Vol. 18, pp 9 - 17.

- RAJ R., ASHBY M.F., 1971:
Grain boundary sliding and diffusional creep.
Metallurgical Transactions, Vol. 2, pp 1113-1127.
- RAJ R. 1975:
Transient behaviour of diffusion-induced creep and creep rupture.
Metallurgical Transactions , vol 6A, pp 1499 - 1509.
- RAJ R., CHYUNG C.K. 1981:
Solution-precipitation creep in glass ceramics.
Metallurg, vol. 29, pp 159 - 166.
- RAJ R. 1982:
Creep in polycrystalline aggregates by matter transport through a liquid phase.
Journal of Geophysical research, vol. 87, n° B6, June 10, pp 4731 - 4739.
- ROEDDER E. 1984:
The fluids in salt.
American Mineralogist, vol. 69.
- ROLNIK H. 1984:
Dimensionner aujourd'hui un stockage de déchets de haute activité dans le sel gemme: quelle rhéologie?
Thèse de docteur Ing. en sciences et techniques minières ENSMP.
- RUTTER E.H. 1976:
The kinetics of rock deformation by pressure solution.
Phil. Trans. R. Soc. Lond. A., vol. 283, pp 203 - 219.
- SCHULZE O., 1991:
Effect of humidity on creep of rock salt.
7th International congress on Rock Mechanics, Aachen, september 16 - 20.
- SHLICHTA P.J. 1968:
Growth, deformation and defect structure of salt crystals.
The Geol. Soc. of Am. INC, spec. proc. 88, pp 598 - 617.
- SKROTZKI W., HAASEN P. 1981:
Hardening mechanisms of ionic crystals on {100} slip planes.
Journal de physique, Colloque C3, Supplément au n° 6, Tome 42, juin.
- SPIERS C.J. 1985a:
The influence of fluid rock interaction on the rheology of salt rock and on ionic transport in salt "radioactive waste management and disposal".
Second Eur. Community Conference, Lux. 22-26 april, pp 440 - 442.
- SPIERS C.J., PEACH C.J. SCHUTJENS P., ZWART H. 1985b:
Long term rheological and transport properties of dry and wet salt rocks.
1st interim report OPLA project REO 1 juil. - dec.
- SPIERS C.J., PEACH C.J., SCHUTJENS P., BRZESOWSKY, LIEZENBERG J.L., ZWART H. 1986a:
Long term rheological and transport properties of dry and wet salt rock.
2nd interim report OPLA project REO 1 jan. sept.
- SPIERS C.J., URAI J.L., LISTER G.S., BOLAND J.N., ZWART H.J. 1986b:
The influence of fluid rock interaction on the rheology of salt rock.
Final report - contract n° WAS - 153 - 80 - 7 N(N) EUR 10399 EN.

SPIERS C.J., SCHUNTJENS P., BRZESOWSKY R.H., PEACH C.J., LIEZENBERG J.L., ZWART H.J. 1990:

Experimental determination of constitutive parameters governing creep of rock salt by pressure solution.

Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics. Geological Society Special Publication N°. 54, pp 215-227.

URAI J.L. 1983:

Deformation of wet salt rocks.

Thèse de doctorat RU Utrecht The Netherlands.

URAI J.L. 1985a:

Water enhanced dynamic recrystallization and solution transfer in experimentally deformed carnallite.

Tectonophysics 120 Elsevier Amsterdam, pp 285 - 317.

URAI J.L., SPIERS C.J., ZWART J., LISTER G.S. 1986b:

Weakening of rock salt by water during long term creep.

Nature, vol. 324, n°6097 (11 - dec.), pp 554 - 557.

URAI J.L. 1987:

Development of microstructure during deformation of carnallite and bischofite in transmitted light.

Tectonophysics, vol. 135, pp 251 - 263.

VAN HASSELT B. 1991:

Evaluation quantitative du rôle de la texture dans le fluage du sel bressan.

Thèse de doctorat en géologie de l'ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 10 décembre, 151p.